



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類6 C07C 43/225, 43/192, 69/773, 69/766, 69/888, 69/75, 69/753, 69/757, C07D 213/79, 213/55, 213/30, 239/28, 319/06, C09K 19/14, 19/20, 19/30, 19/34, 19/42, 19/44, 19/46, G02F 1/13</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO96/32365</p>
		<p>(43) 国際公開日 1996年10月17日(17.10.96)</p>

(21) 国際出願番号 PCT/JP96/01010
(22) 国際出願日 1996年4月12日(12.04.96)

(30) 優先権データ
特願平7/112551 1995年4月12日(12.04.95) JP

(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)
チッソ株式会社(CHISSO CORPORATION)[JP/JP]
〒530 大阪府大阪市北区中之島三丁目6番32号 Osaka, (JP)

(72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ)
近藤智之(KONDO, Tomoyuki)[JP/JP]
長谷場康宏(HASEBA, Yasuhiro)[JP/JP]
〒290 千葉県市原市辰巳台東3丁目27番地2号 Chiba, (JP)
小泉靖幸(KOIZUMI, Yasuyuki)[JP/JP]
〒290 千葉県市原市五井6358番1号 Chiba, (JP)
宮沢和利(MIYAZAWA, Kazutoshi)[JP/JP]
〒290-01 千葉県市原市ちはら台3-27-7 Chiba, (JP)
峰谷典久(HACHIYA, Nonhisa)[JP/JP]
〒299-01 千葉県市原市青葉台2丁目5番地 Chiba, (JP)
中川悦男(NAKAGAWA, Etsuo)[JP/JP]
〒290 千葉県市原市五井8890番地 Chiba, (JP)

(74) 代理人
弁理士 川北武長(KAWAKITA, Takenaga)
〒103 東京都中央区日本橋茅場町二丁目3番6号
宗和ビルディング Tokyo, (JP)

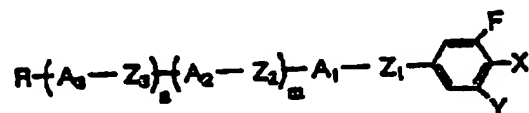
(81) 指定国
AU, CA, CN, JP, KR, RU, SG, US, VN, 欧州特許(AT, BE, CH,
DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

添付公開書類

国際調査報告書

(54) Title: FLUORINE-SUBSTITUTED LIQUID-CRYSTAL COMPOUND, LIQUID-CRYSTAL COMPOSITION AND
LIQUID-CRYSTAL DISPLAY DEVICE

(54) 発明の名称 フッ素置換液晶性化合物、液晶組成物および液晶表示素子



(1)

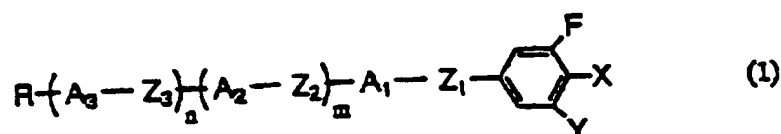
(57) Abstract

A novel liquid-crystal compound represented by general formula (1), which is highly dielectrically anisotropic, reduced in the temperature dependence of threshold voltage, and improved in the solubility in other liquid-crystal materials at low temperature, (wherein R is C₁-C₁₀ alkyl, alkoxy or the like; m and n are each independently 0 or 1; A₁, A₂ and A₃ are each independently trans-1,4-cyclohexylene, 1,4-phenylene wherein one or more hydrogen atoms on the ring may be replaced by fluorine atoms, or the like; Z₁, Z₂ and Z₃ are each independently -C(=O)-, -OC(=O)-, -(CH₂)₂-, -CH₂O-, -OCH₂- or a covalent bond, with at least one of them being an ester linkage, -CH₂O- or -OCH₂-; X is CF₃, CF₂H or the like; and Y is H or F); and a liquid-crystal composition and liquid-crystal display device prepared by using this compound.

(57) 要約

誘電率異方性値が大きく、しきい値電圧の温度による変化が小さく、かつ低温下での他の液晶材料への溶解性が改善された新規液晶性化合物およびこれを含む液晶組成物を提供することにある。

一般式 (1)



(式中、Rは炭素数1～10のアルキル基、アルコキシ基等、mおよびnは相互に独立して0または1、A₁、A₂およびA₃は相互に独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基等、Z₁、Z₂およびZ₃は相互に独立して-COO-、-OCO-、-(CH₂)₂-、-CH₂O-、-OCH₂-または共有結合であるが、それらのうち少なくとも1つはエステル結合、-CH₂O-または-OCH₂-であり、XはCF₃、CF₂H等、YはHまたはFを示す。)で示される液晶性化合物、これを用いた液晶組成物および液晶表示素子。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を特定するために使用されるコード

AL	アルバニア	DE	ドイツ	LI	リヒテンシュタイン	PL	ポーランド
AM	アルメニア	DK	デンマーク	LC	セントルシア	PT	ポルトガル
AT	オーストリア	EE	エストニア	LK	スリランカ	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	ES	スペイン	LR	リベリア	RU	ロシア連邦
AZ	アゼルバイジャン	FI	フィンランド	LS	レソト	SE	スウェーデン
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	FR	フランス	LT	リトアニア	SG	シンガポール
BB	バルバドス	GB	ガボン	LU	ルクセンブルグ	SI	スロベニア
BE	ベルギー	GE	イギリス	LV	ラトヴィア	SK	スロヴァキア
BF	ブルキナ・ファソ	GN	ギニア	MC	モナコ	SN	セネガル
BG	ブルガリア	GR	ギリシャ	MD	モルドヴァ共和国	SZ	スワジランド
BJ	ベナン	HU	ハンガリー	MG	マダガスカル	TD	チャド
BR	ブラジル	IL	イスラエル	MK	マケドニア旧ユーゴスラ	TG	トーゴ
BY	ベラルーシ	IS	アイスランド	ML	マリ	TH	タイ
CA	カナダ	IT	イタリア	MN	モンゴル	TM	トルクメニスタン
CC	中央アフリカ共和国	JP	日本	MR	モーリタニア	TR	トルコ
CF	コンゴ	KE	ケニア	MW	マラウイ	TT	トリニダード・トバゴ
CH	スイス	KG	キルギスタン	MX	メキシコ	UA	ウクライナ
CI	コート・ジボアール	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NE	ニジェール	UG	ウガンダ
CM	カメルーン	KR	大韓民国	NL	オランダ	US	アメリカ合衆国
CN	中国	KZ	カザフスタン	NO	ノルウェー	UZ	ウズベキスタン
CU	キューバ			NZ	ニュージーランド	VN	ヴェトナム
CZ	チェコ共和国						

明 細 書

フッ素置換液晶性化合物、液晶組成物および液晶表示素子

技術分野

- 本発明は、液晶性化合物および液晶組成物に関し、更に詳しくは 3-フルオロ
5 -4-置換フェニル基または 3, 5-ジフルオロ-4-置換フェニル基を有する
新規なフッ素置換化合物、これを含有する液晶組成物および該液晶組成物を用い
て構成した液晶表示素子に関する。

背景技術

- 液晶性化合物を用いた表示素子は、時計、電卓、ワープロ等のディスプレイに
10 広く利用されている。これらの表示素子は液晶性化合物の屈折率異方性、誘電率
異方性等を利用したものである。

- 液晶相には、ネマチック液晶相、スメクチック液晶相、コレステリック液晶相
があるが、ネマチック液晶相を利用したものが最も広く用いられている。また、
表示方式としては動的散乱 (DS) 型、配向相変形 (DAP) 型、ゲスト/ホス
15 ト (GH) 型、ねじれネマチック (TN) 型、超ねじれネマチック (STN) 型、
薄膜トランジスタ (TFT) 型等がある。

- これらの表示方式で用いられる液晶性化合物は、室温を中心とする広い温度範
囲で液晶相を示し、表示素子が使用される条件下で十分に安定であり、さらに表
示素子を駆動させるに十分な特性を持たなくてはならないが、現在のところ単一
20 の液晶性化合物でこの条件を満たすものは見いだされていない。このため数種類
から数十種類の液晶性化合物および必要によりさらに非液晶性化合物を混合し、
もって要求特性を備えた液晶組成物を調製しているのが実状である。これらの液
晶組成物は、表示素子が使用される条件下で通常存在する水分、光、熱、空気
に対して安定で、また電場や電磁放射に対しても安定である上、混合される化合物
25 に対し化学的にも安定であることが要求される。また液晶組成物には、その屈折
率異方性値 (Δn) および誘電率異方性値 ($\Delta \epsilon$) 等の諸物性値が表示方式や表
示素子の形状に依存して適当な値を取ることが必要とされる。さらに液晶組成物
中の各成分は、相互に良好な溶解性を持つことが重要である。

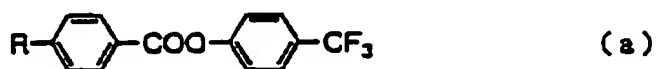
なかでも、液晶表示素子の画面化に必要な高速応答に大きく寄与するしきい

値電圧のさらなる低電圧化の要求が高まっている。そのためには $\Delta\epsilon$ が大きな液晶性化合物が必要である (E. Jakeman 等、Phys. Lett., 39 A, 69 (1972))。

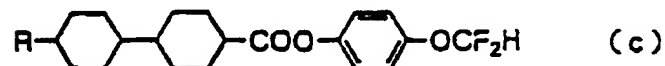
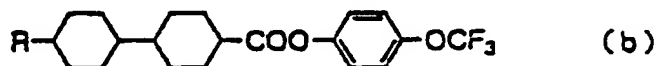
- また、高画質化を可能とするためにはしきい値電圧の温度による変化が小さな
5 液晶性化合物が必要とされる。

これらの目的を達成するため、式 (a)、式 (b) および式 (c) に示す化合物が、それぞれ特開昭 55-40660、特表平 2-501311 および特表平 3-500413 等により知られているが、これらの化合物は $\Delta\epsilon$ が未だ十分に大きくなく、しきい値電圧の温度による変化も小さいとは言えない。

10



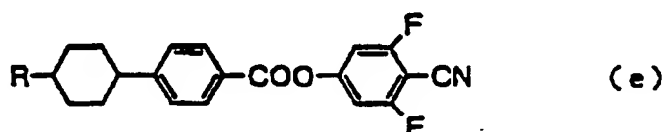
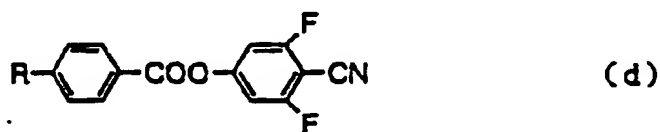
15



20

また、式 (d) および式 (e) に示す化合物も、それぞれ特表平 3-503637 および特開平 4-279560 により公知である。しかし、これらの化合物は $\Delta\epsilon$ は大きいものの液晶相温度範囲が狭い、あるいは低温下で他の液晶材料への溶解性が十分ではないといった問題点を有する。

25

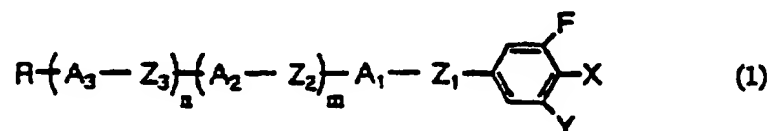


発明の開示

本発明の目的は、前記従来技術の欠点を解消し、特に $\Delta \epsilon$ が大きく、しきい値電圧の温度による変化が小さく、安定性に優れ、かつ低温下で他の液晶材料への溶解性が改善されたフッ素置換化合物、これを含む液晶組成物および該液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子を提供することにある。

上記目的を達成するため、本願で特許請求される発明は以下の通りである。

(1) 一般式 (1)

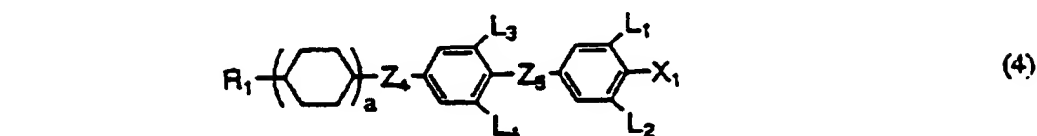
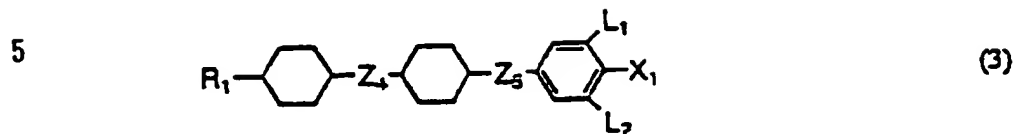


(式中、Rは炭素数1～10のアルキル基、アルコキシ基または炭素数2～10のアルケニル基を示し(アルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は、酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。)、mおよびnは相互に独立して0または1を示し、 A_1 、 A_2 および A_3 は相互に独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、ピリミジン-2, 5-ジイル基、ピリジン-2, 5-ジイル基または1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル基を示し、 Z_1 、 Z_2 および Z_3 は相互に独立して $-\text{COO}-$ 、 $-\text{OCO}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCH}_2-$ または共有結合を示すが、 Z_1 、 Z_2 および Z_3 のうち少なくとも1つはエステル結合、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ または $-\text{OCH}_2-$ を示す。またXは CF_3 、 CF_2H 、 CFH_2 、 OCF_3 、 OCF_2H またはCNを示し、YはHまたはFを示す。ただしX=CNの場合は、nが0、 A_2 はトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、 A_1 は環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、 Z_3 は $-(\text{CH}_2)_2-$ または共有結合、 Z_1 はエステル結合、YはFを示す。)で示される液晶性化合物。

(2) mおよびnが0である(1)に記載の液晶性化合物。

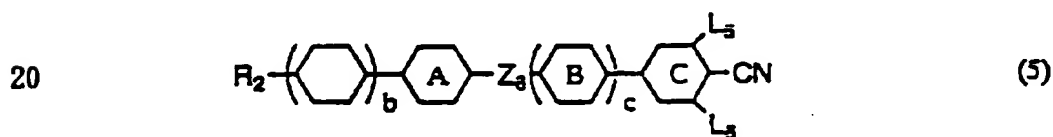
(3) mが1、nが0である(1)に記載の液晶性化合物。

- (4) mおよびnが共に1である(1)に記載の液晶性化合物。
- (5) A₁が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基である(2)に記載の液晶性化合物。
- (6) A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基である(2)に記載の液晶性化合物。
- 5 (7) A₂がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基である(3)に記載の液晶性化合物。
- (8) A₂およびA₃が共にトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₃が共有結合である(4)に記載の液晶性化合物。
- 10 (9) A₁が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、Z₂が共有結合である(7)に記載の液晶性化合物。
- (10) A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₂が共有結合である(7)に記載の液晶性化合物。
- (11) A₁が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、Z₁がエステル結合、Z₂が-(CH₂)₂-または共有結合、XがCN、YがFである(7)に記載の液晶性化合物。
- 15 (12) A₁が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、Z₂が共有結合である(8)に記載の液晶性化合物。
- (13) A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、Z₁が共有結合である(8)に記載の液晶性化合物。
- 20 (14) (1)～(13)のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。
- (15) 第一成分として、(1)～(13)のいずれかに記載の液晶性化合物を
- 25 少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(2)、(3)および(4)



(式中、 R_1 は炭素数1～10のアルキル基を示し、 X_1 はF、Cl、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H または CFH_2 を示し、 L_1 、 L_2 、 L_3 および L_4 は相互に独立してHまたはFを示し、 Z_4 および Z_5 は相互に独立して $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ または共有結合を示し、 a は1または2を示す。) からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

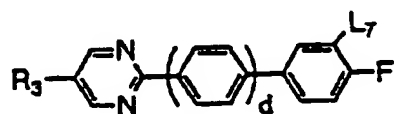
(16) 第一成分として、(1)～(13)のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)および(9)



(式中、 R_2 はF、炭素数1～10のアルキル基または炭素数2～10のアルケニル基を示す。該アルキル基またはアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Aはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基または1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル基を示し、環Bはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基またはピリミジソ-2, 5-ジイル基を示し、環Cはトランス-1,

4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、 Z_6 は $-(CH_2)_2-$ 、 $-COO-$ または共有結合を示し、 L_5 および L_6 は相互に独立してHまたはFを示し、 b および c は相互に独立して0または1を示す。)

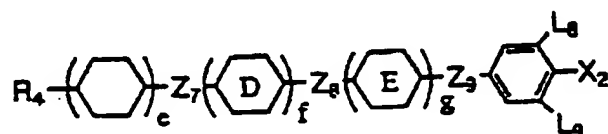
5



(6)

(式中、 R_3 は炭素数1~10のアルキル基を示し、 L_7 はHまたはFを示し、 d は0または1を示す。)

10

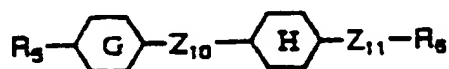


(7)

15

(式中、 R_4 は炭素数1~10のアルキル基を示し、環Dおよび環Eは相互に独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、 Z_7 および Z_8 は相互に独立して $-COO-$ または共有結合を示し、 Z_9 は $-COO-$ または $-C\equiv C-$ を示し、 L_8 および L_9 は相互に独立してHまたはFを示し、 X_2 はF、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H または CFH_2 を示すが、 X_2 が OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H または CFH_2 を示す場合は L_8 および L_9 は共にHを示す。 e 、 f および g は相互に独立して0または1を示す。)

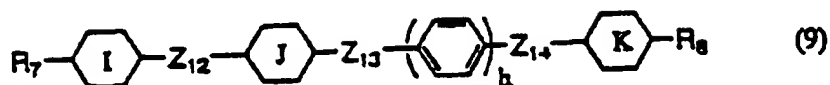
20



(8)

25

(式中、 R_5 および R_6 は相互に独立して炭素数1~10のアルキル基または炭素数2~10のアルケニル基を示す。いずれにおいてもそのうちの任意のメチレン基 $(-CH_2-)$ は酸素原子 $(-O-)$ によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Gはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基またはピリミジン-2, 5-ジイル基を示し、環Hはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、 Z_{10} は $-C\equiv C-$ 、 $-COO-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH=CH-C\equiv C-$ または共有結合を示し、 Z_{11} は $-COO-$ または共有結合を示す。)



(式中、 R_7 および R_8 は相互に独立して炭素数1～10のアルキル基または炭素数2～10のアルケニル基を示す。いずれにおいてもそのうちの任意のメチレン基(—CH₂—)は酸素原子(—O—)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Iはトランス—1, 4—シクロヘキシレン基、1, 4—フェニレン基またはピリミジン—2, 5—ジイル基を示し、環Jはトランス—1, 4—シクロヘキシレン基、環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4—フェニレン基またはピリミジン—2, 5—ジイル基を示し、環Kはトランス—1, 4—シクロヘキシレン基または1, 4—フェニレン基を示し、 Z_{12} および Z_{14} は相互に独立して—COO—、—(CH₂)₂—または共有結合を示し、 Z_{13} は—CH=CH—、—C≡C—、—COO—または共有結合を示し、 h は0または1を示す。)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

(17) 第一成分として、(1)～(13)のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の一部分として、一般式(2)、(3)および(4)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の他の部分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)および(9)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

(18) (14)～(17)のいずれかに記載の液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子。

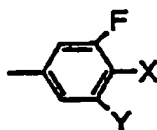
本発明の一般式(1)で示す液晶性化合物は、 $\Delta\epsilon$ が大きく、しきい値電圧の温度による変化が小さい。またこれらの液晶性化合物は、表示素子が通常使用される条件下において物理的および化学的に十分安定であり、低温下での溶解性に優れている。さらには分子構成要素のうち六員環や置換基および／または結合基を適当に選択することにより、所望の物性値を持つものへと誘導され得る。従って、本発明の化合物を液晶組成物の成分として用いた場合、好ましい特性を有する新たな液晶組成物を提供し得る。

発明を実施するための最良の形態

本発明の一般式(1)で示される化合物は、次の通りに類別される。

以下、Qは下記に示される基、

5



10

Cycはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Pheは1, 4-フェニレン基、Pyrはピリミジン-2, 5-ジイル基、Pydはピリジン-2, 5-ジイル基、Dioは1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル基を示し、該Pheは1個以上の水素原子がFで置換されていてもよく、A₁、A₂およびA₃はCyc、Phe、Pyr、PydおよびDioよりなる群から選ばれ、好ましくは分子内に2つ以上のPyr、PydおよびDioを含まないものとする。

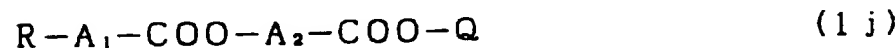
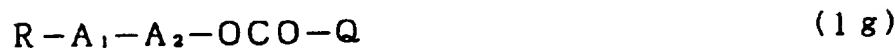
2個の六員環を有する化合物：

15



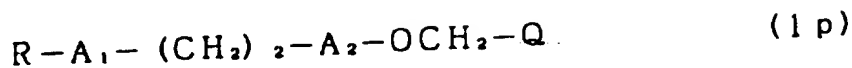
3個の六員環を有する化合物：

20

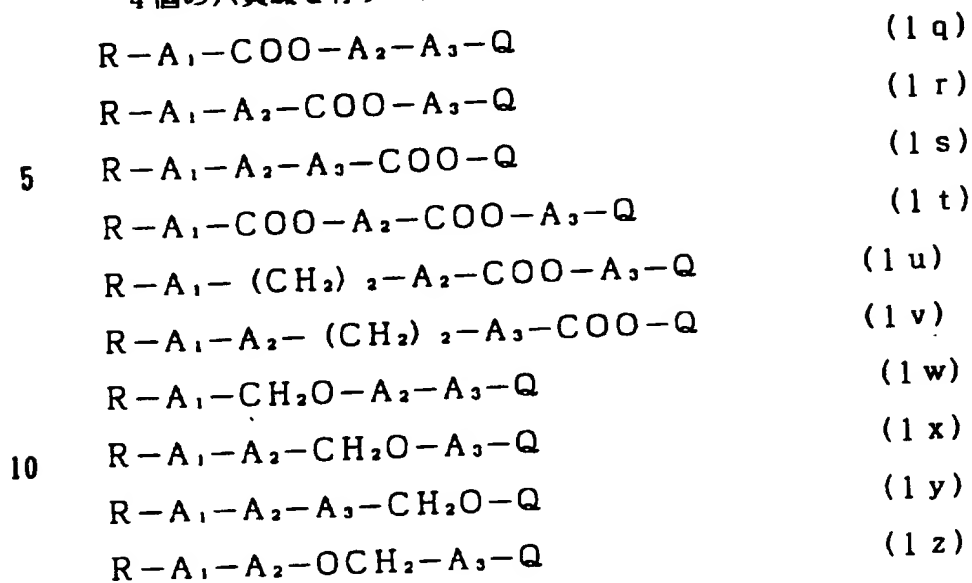


25

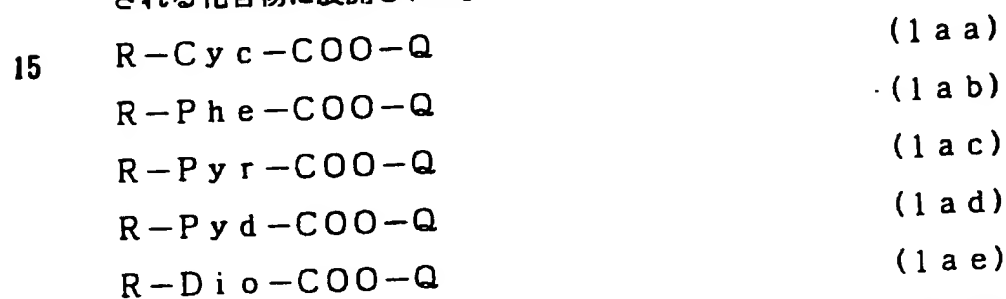




4個の六員環を有する化合物：

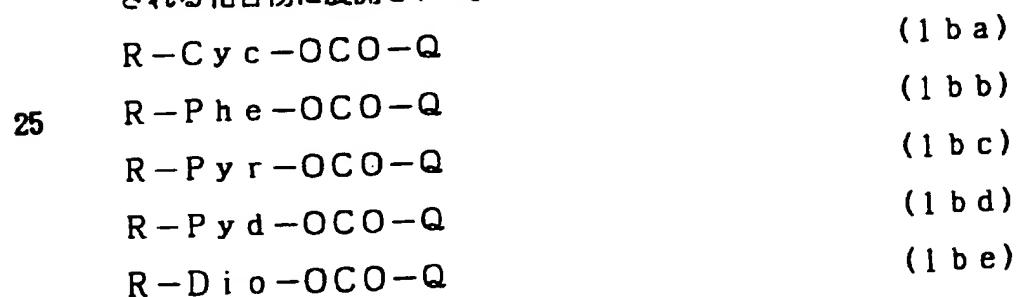


式(1a)で示される化合物は、さらに下記の式(1aa)～(1ae)で示される化合物に展開される。



20 これらの化合物のうち、特に(1aa)および(1ab)で示される化合物が好ましい。

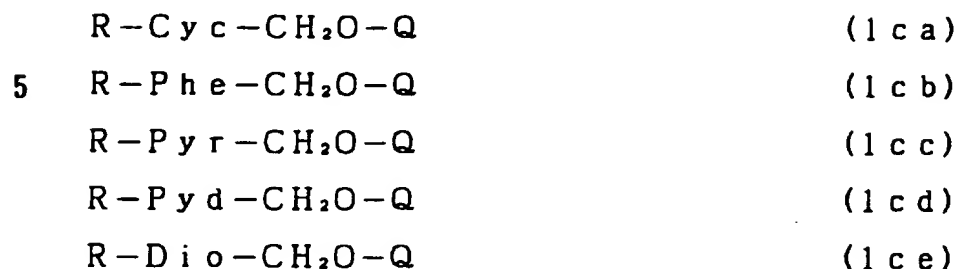
式(1b)で示される化合物は、さらに下記の式(1ba)～(1be)で示される化合物に展開される。



これらの化合物のうち、特に(1ba)および(1bb)で示される化合物が

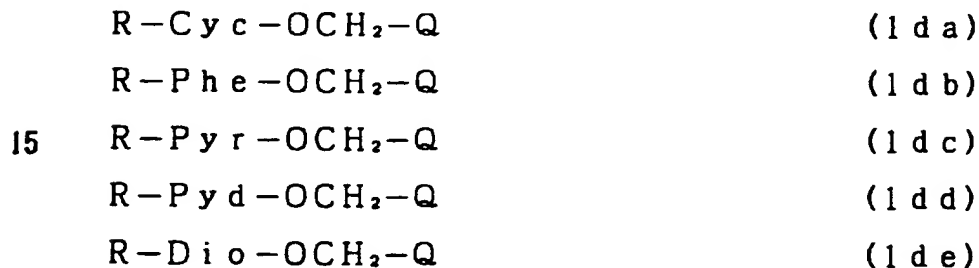
好ましい。

式 (1 c) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 c a) ~ (1 c e) で示される化合物に展開される。



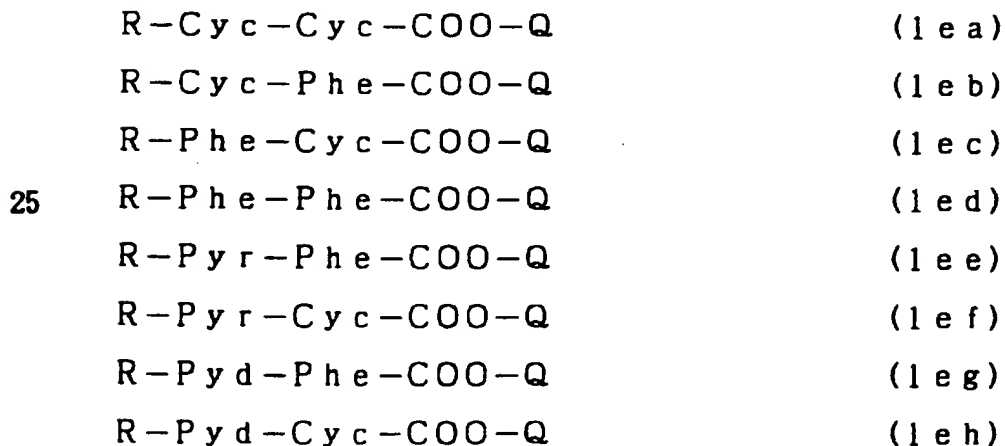
これらの化合物のうち、特に (1 c a)、(1 c b) および (1 c e) で示される化合物が好ましい。

式 (1 d) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 d a) ~ (1 d e) で示される化合物に展開される。



これらの化合物のうち、特に (1 d a) および (1 d b) で示される化合物が好ましい。

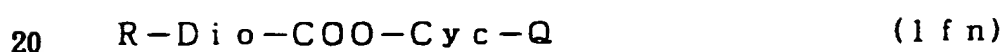
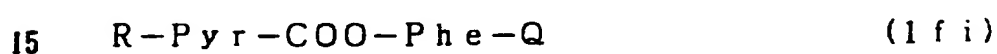
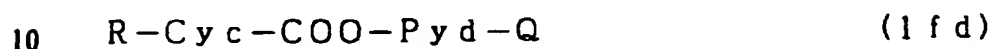
式 (1 e) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 e a) ~ (1 e j) で示される化合物に展開される。





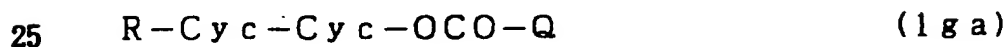
これらの化合物のうち、特に (1 e a) ~ (1 e e) および (1 e j) で示される化合物が好ましい。

- 5 式 (1 f) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 f a) ~ (1 f n) で示される化合物に展開される。



これらの化合物のうち、特に (1 f a)、(1 f b)、(1 f e) および (1 f f) で示される化合物が好ましい。

式 (1 g) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 g a) ~ (1 g j) で示される化合物に展開される。



	R-Pyr-Cyc-OCO-Q	(1 g f)
	R-Pyd-Phe-OCO-Q	(1 g g)
	R-Pyd-Cyc-OCO-Q	(1 g h)
	R-Dio-Phe-OCO-Q	(1 g i)
5	R-Dio-Cyc-OCO-Q	(1 g j)

これらの化合物のうち、特に (1 g a) ~ (1 g e) および (1 g i) で示される化合物が好ましい。

式 (1 h) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 h a) ~ (1 h n) で示される化合物に展開される。

10	R-Cyc-OCO-Cyc-Q	(1 h a)
	R-Cyc-OCO-Phe-Q	(1 h b)
	R-Cyc-OCO-Pyr-Q	(1 h c)
	R-Cyc-OCO-Pyd-Q	(1 h d)
	R-Phe-OCO-Cyc-Q	(1 h e)
15	R-Phe-OCO-Phe-Q	(1 h f)
	R-Phe-OCO-Pyr-Q	(1 h g)
	R-Phe-OCO-Pyd-Q	(1 h h)
	R-Pyr-OCO-Phe-Q	(1 h i)
	R-Pyr-OCO-Cyc-Q	(1 h j)
20	R-Pyd-OCO-Phe-Q	(1 h k)
	R-Pyd-OCO-Cyc-Q	(1 h l)
	R-Dio-OCO-Phe-Q	(1 h m)
	R-Dio-OCO-Cyc-Q	(1 h n)

これらの化合物のうち、特に (1 h a)、(1 h b)、(1 h e) および (1 h f) で示される化合物が好ましい。

式 (1 i) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 i a) ~ (1 i k) で示される化合物に展開される。

	R-Cyc-(CH ₂) ₂ -Cyc-COO-Q	(1 i a)
	R-Cyc-(CH ₂) ₂ -Phe-COO-Q	(1 i b)

- $R-Phe-(CH_2)_2-Cyc-COO-Q$ (1 i c)
 $R-Phe-(CH_2)_2-Phe-COO-Q$ (1 i d)
 $R-Phe-(CH_2)_2-Pyr-COO-Q$ (1 i e)
 $R-Pyr-(CH_2)_2-Phe-COO-Q$ (1 i f)
5 $R-Pyr-(CH_2)_2-Cyc-COO-Q$ (1 i g)
 $R-Pyd-(CH_2)_2-Phe-COO-Q$ (1 i h)
 $R-Pyd-(CH_2)_2-Cyc-COO-Q$ (1 i i)
 $R-Dio-(CH_2)_2-Phe-COO-Q$ (1 i j)
 $R-Dio-(CH_2)_2-Cyc-COO-Q$ (1 i k)

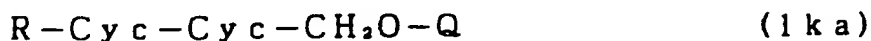
10 これらの化合物のうち、特に (1 i a) ~ (1 i d) で示される化合物が好ましい。

式 (1 j) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 j a) ~ (1 j k) で示される化合物に展開される。

- $R-Cyc-COO-Cyc-COO-Q$ (1 j a)
15 $R-Cyc-COO-Phe-COO-Q$ (1 j b)
 $R-Phe-COO-Cyc-COO-Q$ (1 j c)
 $R-Phe-COO-Phe-COO-Q$ (1 j d)
 $R-Phe-COO-Pyr-COO-Q$ (1 j e)
 $R-Pyr-COO-Phe-COO-Q$ (1 j f)
20 $R-Pyr-COO-Cyc-COO-Q$ (1 j g)
 $R-Pyd-COO-Phe-COO-Q$ (1 j h)
 $R-Pyd-COO-Cyc-COO-Q$ (1 j i)
 $R-Dio-COO-Phe-COO-Q$ (1 j j)
 $R-Dio-COO-Cyc-COO-Q$ (1 j k)

25 これらの化合物のうち、特に (1 j a) ~ (1 j d) で示される化合物が好ましい。

式 (1 k) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 k a) ~ (1 k j) で示される化合物に展開される。



- $R-Cyc-Phe-CH_2O-Q$ (1 k b)
 $R-Phe-Cyc-CH_2O-Q$ (1 k c)
 $R-Phe-Phe-CH_2O-Q$ (1 k d)
 $R-Pyr-Phe-CH_2O-Q$ (1 k e)
 5 $R_s-Pyr-Cyc-CH_2O-Q$ (1 k f)
 $R_s-Pyd-Phe-CH_2O-Q$ (1 k g)
 $R_s-Pyd-Cyc-CH_2O-Q$ (1 k h)
 $R_s-Dio-Phe-CH_2O-Q$ (1 k i)
 $R_s-Dio-Cyc-CH_2O-Q$ (1 k j)

10 これらの化合物のうち、特に (1 k a) ~ (1 k e) および (1 k i) で示される化合物が好ましい。

式 (1 l) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 l a) ~ (1 l n) で示される化合物に展開される。

- $R_s-Cyc-CH_2O-Cyc-Q$ (1 l a)
 15 $R_s-Cyc-CH_2O-Phe-Q$ (1 l b)
 $R_s-Cyc-CH_2O-Pyr-Q$ (1 l c)
 $R_s-Cyc-CH_2O-Pyd-Q$ (1 l d)
 $R_s-Phe-CH_2O-Cyc-Q$ (1 l e)
 $R_s-Phe-CH_2O-Phe-Q$ (1 l f)
 20 $R_s-Phe-CH_2O-Pyr-Q$ (1 l g)
 $R_s-Phe-CH_2O-Pyd-Q$ (1 l h)
 $R_s-Pyr-CH_2O-Phe-Q$ (1 l i)
 $R_s-Pyr-CH_2O-Cyc-Q$ (1 l j)
 $R_s-Pyd-CH_2O-Phe-Q$ (1 l k)
 25 $R_s-Pyd-CH_2O-Cyc-Q$ (1 l l)
 $R_s-Dio-CH_2O-Phe-Q$ (1 l m)
 $R_s-Dio-CH_2O-Cyc-Q$ (1 l n)

これらの化合物のうち、特に (1 l a)、(1 l b)、(1 l e) および (1 l f) で示される化合物が好ましい。

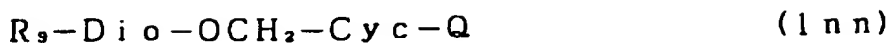
式 (1 m) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 ma) ~ (1 mj) で示される化合物に展開される。

	$R_9-Cyc-Cyc-OCH_2-Q$	(1 ma)
	$R_9-Cyc-Phe-OCH_2-Q$	(1 mb)
5	$R_9-Phe-Cyc-OCH_2-Q$	(1 mc)
	$R_9-Phe-Phe-OCH_2-Q$	(1 md)
	$R_9-Pyr-Phe-OCH_2-Q$	(1 me)
	$R_9-Pyr-Cyc-OCH_2-Q$	(1 mf)
	$R_9-Pyd-Phe-OCH_2-Q$	(1 mg)
10	$R_9-Pyd-Cyc-OCH_2-Q$	(1 mh)
	$R_9-Dio-Phe-OCH_2-Q$	(1 mi)
	$R_9-Dio-Cyc-OCH_2-Q$	(1 mj)

これらの化合物のうち、特に (1 ma) ~ (1 me) および (1 mi) で示される化合物が好ましい。

15 式 (1 n) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 na) ~ (1 nn) で示される化合物に展開される。

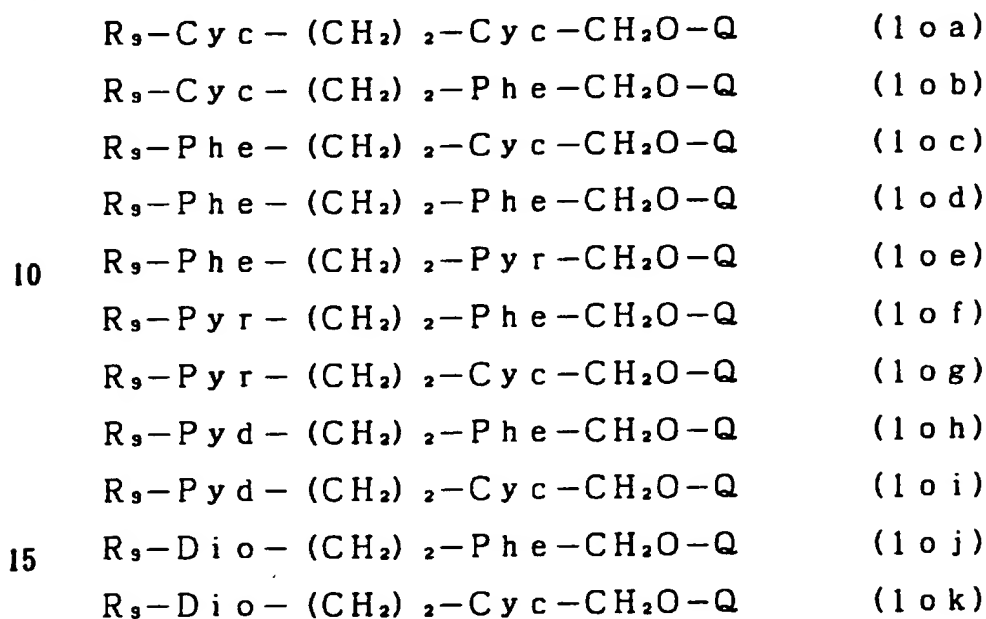
	$R_9-Cyc-OCH_2-Cyc-Q$	(1 na)
	$R_9-Cyc-OCH_2-Phe-Q$	(1 nb)
	$R_9-Cyc-OCH_2-Pyr-Q$	(1 nc)
20	$R_9-Cyc-OCH_2-Pyd-Q$	(1 nd)
	$R_9-Phe-OCH_2-Cyc-Q$	(1 ne)
	$R_9-Phe-OCH_2-Phe-Q$	(1 nf)
	$R_9-Phe-OCH_2-Pyr-Q$	(1 ng)
	$R_9-Phe-OCH_2-Pyd-Q$	(1 nh)
25	$R_9-Pyr-OCH_2-Phe-Q$	(1 ni)
	$R_9-Pyr-OCH_2-Cyc-Q$	(1 nj)
	$R_9-Pyd-OCH_2-Phe-Q$	(1 nk)
	$R_9-Pyd-OCH_2-Cyc-Q$	(1 nl)
	$R_9-Dio-OCH_2-Phe-Q$	(1 nm)



これらの化合物のうち、特に (1na)、(1nb)、(1ne) および (1nf) で示される化合物が好ましい。

式 (1o) で示される化合物は、さらに下記の式 (1oa) ~ (1ok) で示

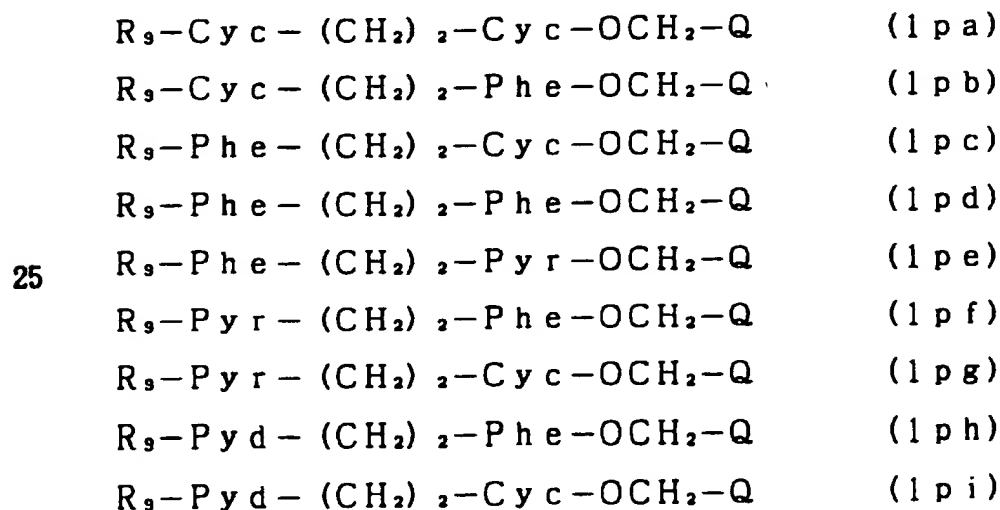
5 される化合物に展開される。

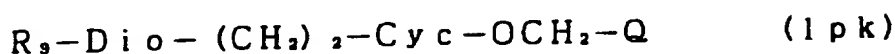
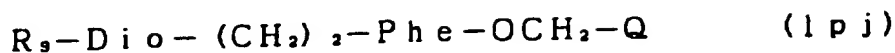


これらの化合物のうち、特に (1oa) ~ (1od) で示される化合物が好ましい。

式 (1p) で示される化合物は、さらに下記の式 (1pa) ~ (1pk) で示

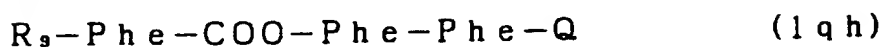
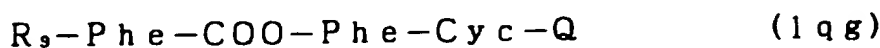
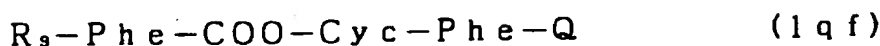
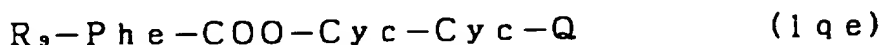
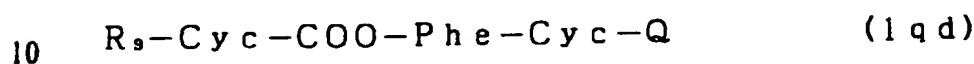
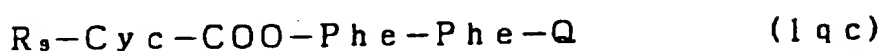
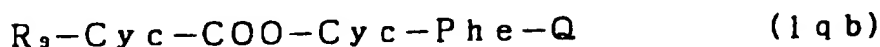
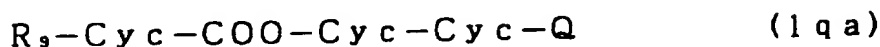
20 される化合物に展開される。





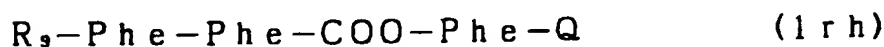
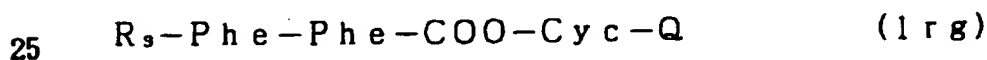
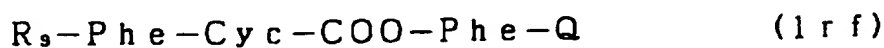
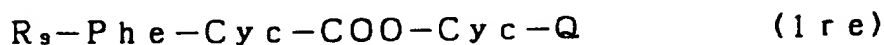
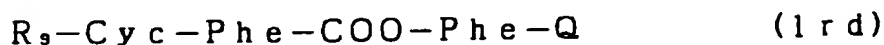
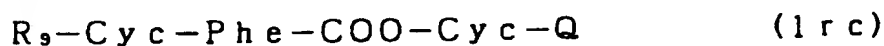
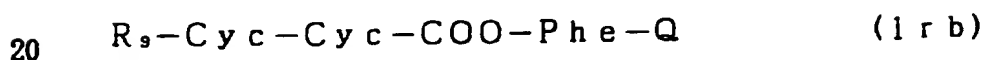
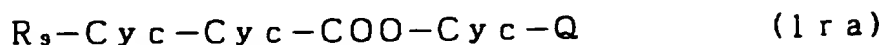
これらの化合物のうち、特に (1pa) ~ (1pd) で示される化合物が好ましい。

5 式 (1q) で示される化合物は、さらに下記の式 (1qa) ~ (1qh) で示される化合物に展開される。



15 これらの化合物のうち、特に (1qb)、(1qc)、(1qf) および (1qh) で示される化合物が好ましい。

式 (1r) で示される化合物は、さらに下記の式 (1ra) ~ (1rh) で示される化合物に展開される。



これらの化合物のうち、特に (1rb)、(1rc) および (1rd) で示される化合物が好ましい。

式 (1s) で示される化合物は、さらに下記の式 (1sa) ~ (1sh) で示

される化合物に展開される。

- 5 $R_9-Cyc-Cyc-Cyc-COO-Q$ (1 s a)
 $R_9-Cyc-Cyc-Phe-COO-Q$ (1 s b)
 $R_9-Cyc-Phe-Phe-COO-Q$ (1 s c)
 $R_9-Cyc-Phe-Cyc-COO-Q$ (1 s d)
 $R_9-Phe-Cyc-Cyc-COO-Q$ (1 s e)
 $R_9-Phe-Phe-Cyc-COO-Q$ (1 s f)
 $R_9-Phe-Cyc-Phe-COO-Q$ (1 s g)
 $R_9-Phe-Phe-Phe-COO-Q$ (1 s h)

10 これらの化合物のうち、特に (1 s a) および (1 s b) で示される化合物が好ましい。

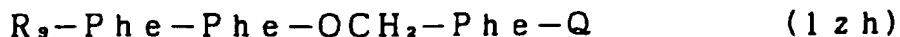
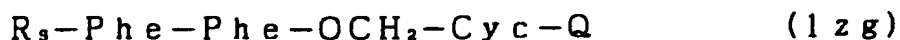
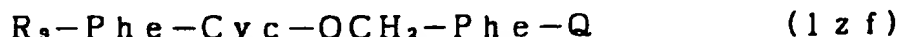
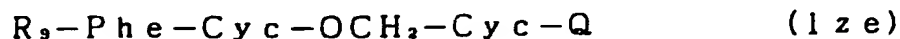
式 (1 x) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 x a) ~ (1 x h) で示される化合物に展開される。

- 15 $R_9-Cyc-Cyc-CH_2O-Cyc-Q$ (1 x a)
 $R_9-Cyc-Cyc-CH_2O-Phe-Q$ (1 x b)
 $R_9-Cyc-Phe-CH_2O-Cyc-Q$ (1 x c)
 $R_9-Cyc-Phe-CH_2O-Phe-Q$ (1 x d)
 $R_9-Phe-Cyc-CH_2O-Cyc-Q$ (1 x e)
 $R_9-Phe-Cyc-CH_2O-Phe-Q$ (1 x f)
20 $R_9-Phe-Phe-CH_2O-Cyc-Q$ (1 x g)
 $R_9-Phe-Phe-CH_2O-Phe-Q$ (1 x h)

これらの化合物のうち、特に (1 x b)、(1 x c) および (1 x d) で示される化合物が好ましい。

25 式 (1 z) で示される化合物は、さらに下記の式 (1 z a) ~ (1 z h) で示される化合物に展開される。

- $R_9-Cyc-Cyc-OCH_2-Cyc-Q$ (1 z a)
 $R_9-Cyc-Cyc-OCH_2-Phe-Q$ (1 z b)
 $R_9-Cyc-Phe-OCH_2-Cyc-Q$ (1 z c)
 $R_9-Cyc-Phe-OCH_2-Phe-Q$ (1 z d)

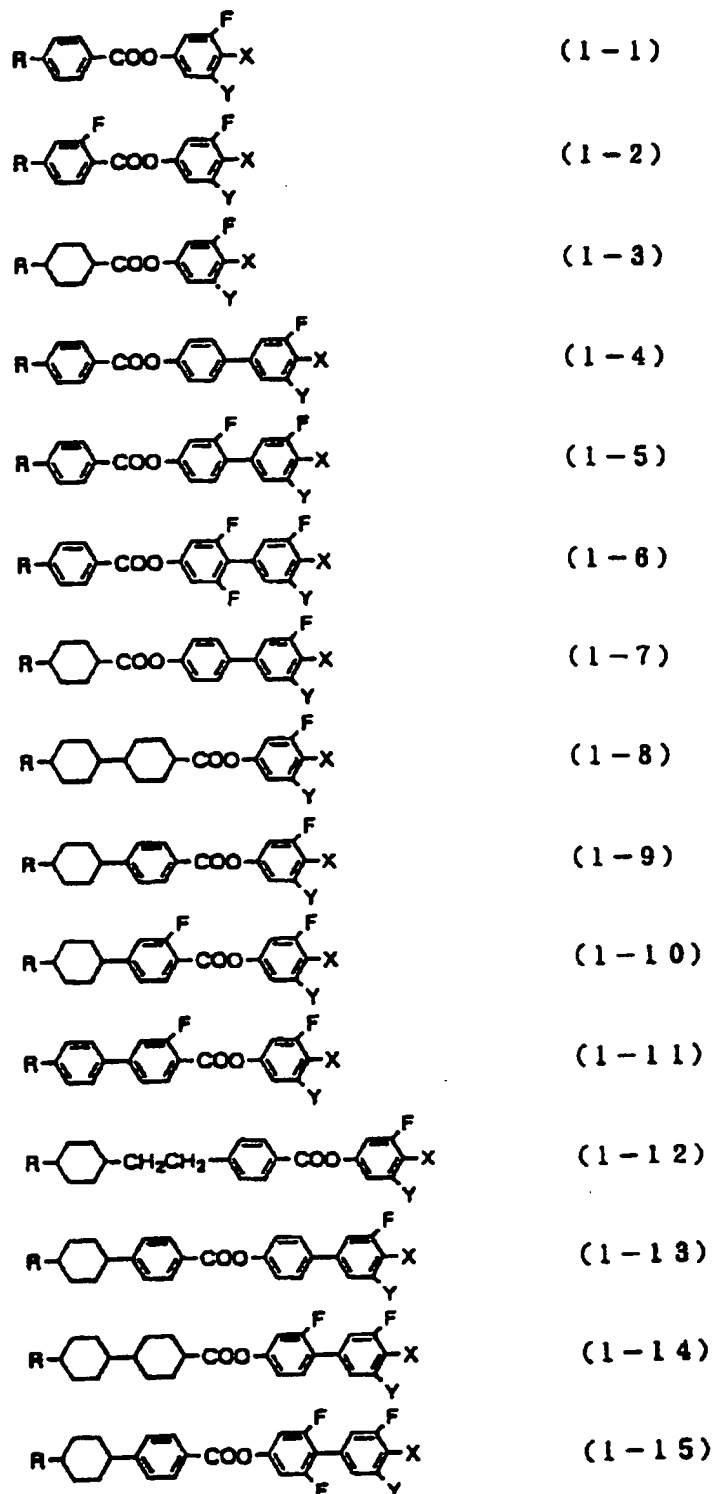


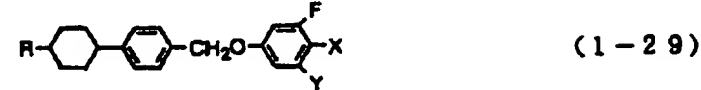
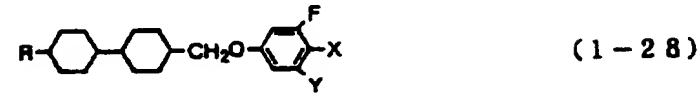
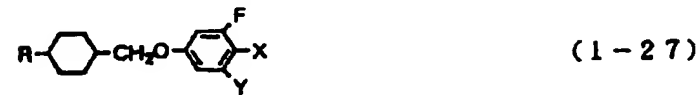
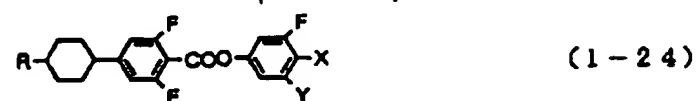
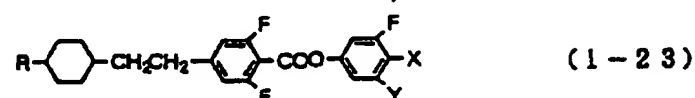
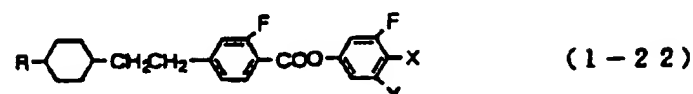
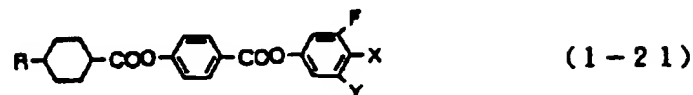
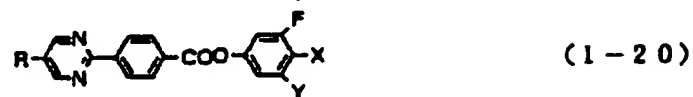
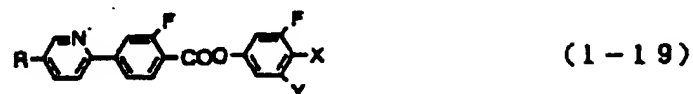
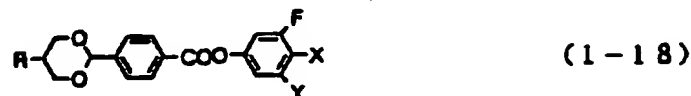
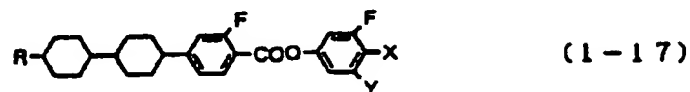
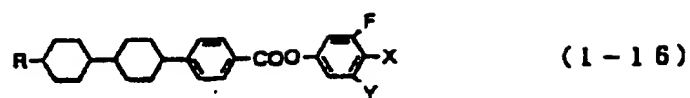
- 5 これらの化合物のうち、特に (1zb)、(1zc) および (1zd) で示される化合物が好ましい。

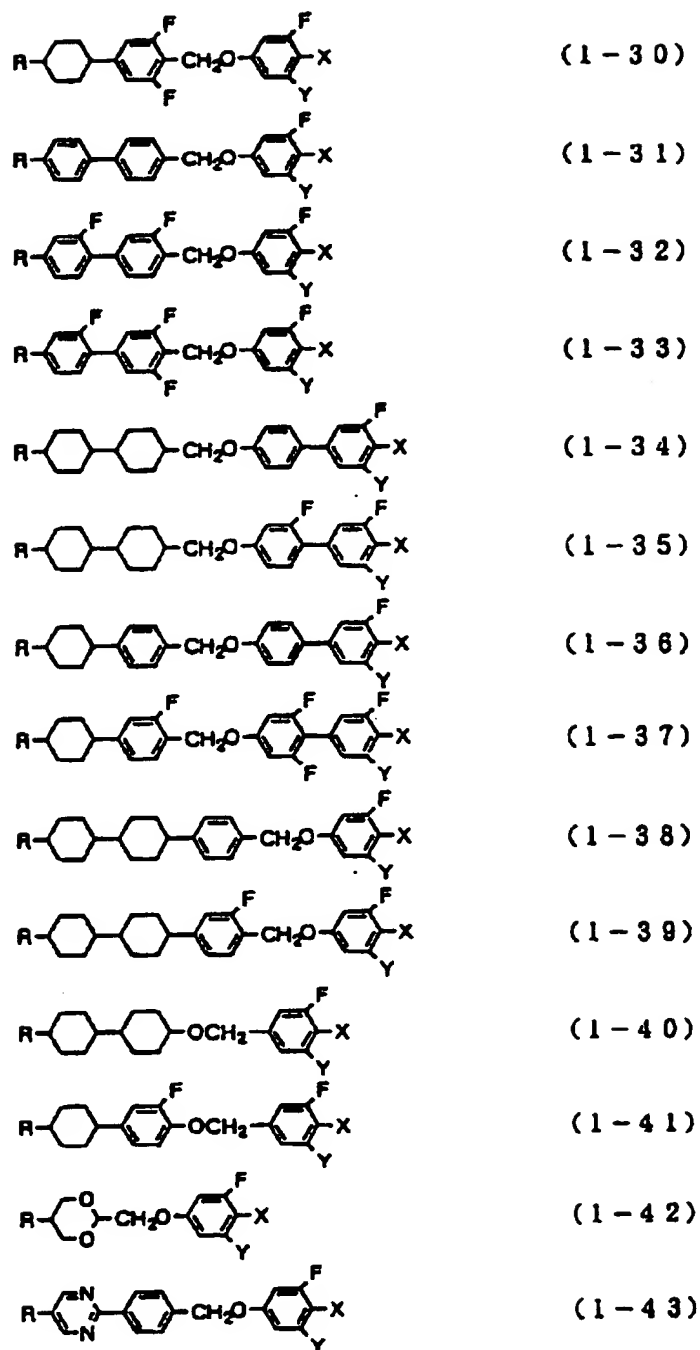
- 前記した全ての化合物において、 R_9 は炭素数1~10のアルキル基、アルコキシ基または炭素数2~10のアルケニル基（アルケニル基中の任意のメチレン基（ $-CH_2-$ ）は、酸素原子（ $-O-$ ）によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。）であるが、
 10 その中で特に好ましい基は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、デシル、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペンチルオキシ、ヘキシルオキシ、ヘプチルオキシ、ノニルオキシ、エテニル、1-プロベニル、2-プロベニル、1-ブテニル、2-ブテニル、3-ブテニル、1-ペンテニル、2-ペンテニル、3-ペンテニル、4-ペンテニル、1-ヘキセニル、3-ヘキセニル、5-ヘキセニル、1-ヘブテニル、3-ヘブテニル、5-ヘブテニル、6-ヘブテニル、2-プロベニルオキシ基、3-ブテニルオキシ基、3-メトキシプロベニル基、2-プロベニルオキシメチル基および6-メトキシ-3-ヘキセニル基である。

- 20 前記した通り式 (1aa)、(1ab)、(1ba)、(1bb)、(1ca)、(1cb)、(1ce)、(1da)、(1db)、(1ea)~(1ee)、(1ej)、(1fa)、(1fb)、(1fe)、(1ff)、(1ga)~(1ge)、(1gi)、(1ha)、(1hb)、(1he)、(1hf)、(1ia)~(1id)、(1ja)~(1jd)、(1ka)~(1ke)、(1ki)、(1la)、(1lb)、(1le)、(1lf)、(1ma)~(1me)、(1mi)、(1na)、(1nb)、(1ne)、(1nf)、(1oa)~(1od)、(1pa)~(1pd)、(1qb)、(1qc)、(1qf)、(1qh)、(1rb)~(1rd)、(1sa)、(1sb)、(1xb)、(1xc)、(1za)、(1zb) および (1zd) で示
- 25

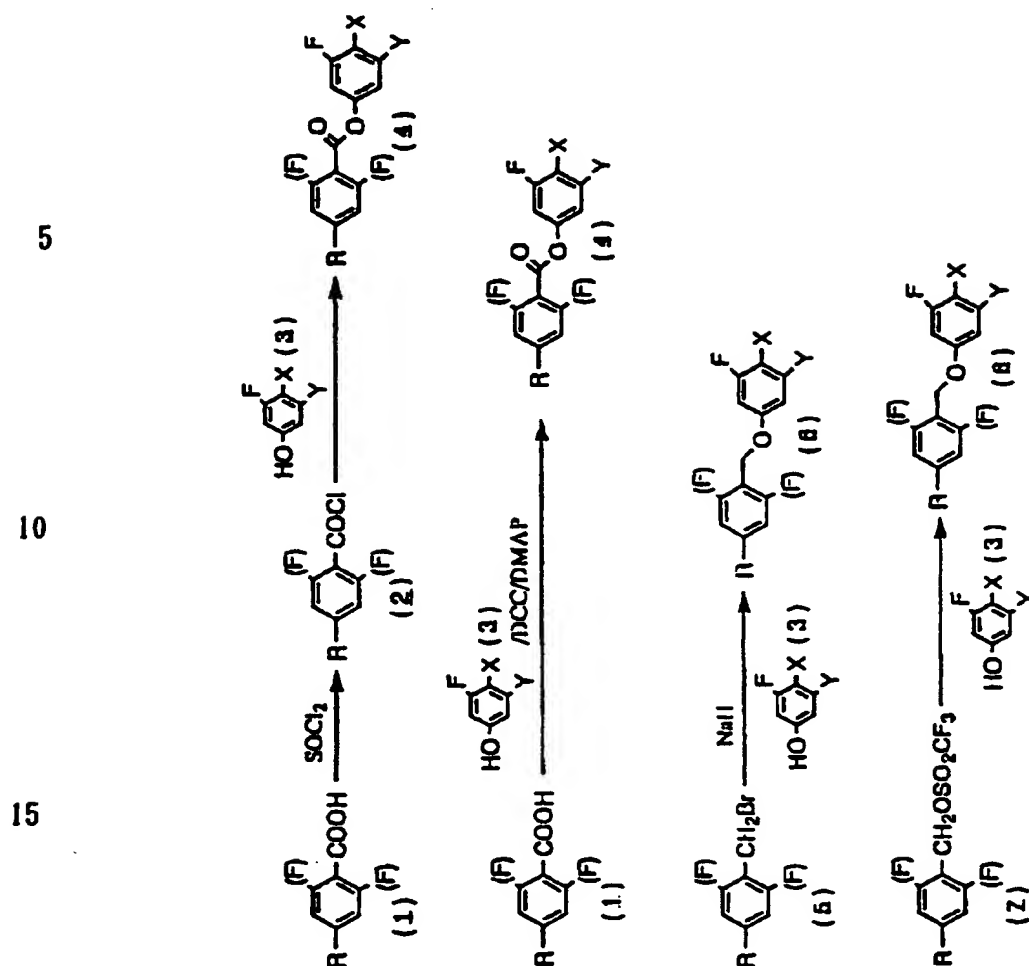
される化合物は特に好適例といえるが、それらの中でもさらに好ましいものとして下記の式 (1-1) ~ (1-43) で示される化合物をあげることができる。







本発明の一般式(1)で示される液晶性化合物は、公知の一般的な有機合成法、例えば以下のような方法で簡便に製造することができる。



20 先ず、エステル結合を有する化合物の場合は、カルボン酸誘導体 (1) をトル
 エン、ベンゼン等の溶媒中あるいは無溶媒中、塩化チオニル等のハロゲン化試薬
 により酸ハロゲン化物 (2) とする。これをトルエン、ベンゼン等の溶媒中、フ
 ェノール誘導体 (3) と反応させることにより目的化合物例の (4) を得ること
 ができる。この一連の反応は、室温～溶媒の沸点までの間、さらにはピリジン
 (E. J. Corey等, ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー,
 25 38, 3223 (1973))、トリエチルアミン (B. Iselin等, ヘル
 ベチカ ヘミカ アクタ, 40, 373 (1957))、ジメチルアニリン (C.
 Raha, オーガニック シンセシス, IV, 263 (1963))、テトラメチ
 ル尿素 (M. S. Newman等, テトラヘドロン レターズ, 3267 (19
 67)) 等の塩基の存在下で行うことが好ましい。

あるいは、ジクロロメタン、クロロホルム等の溶媒中、ジシクロヘキシルカルボジイミド (DCC) や4-ジメチルアミノピリジン (DMAP) の存在下、カルボン酸誘導体 (1) とフェノール誘導体 (3) を反応させることにより、目的化合物例の (4) を得ることもできる (B. Neises等, オーガニック シンセシス, 63, 183 (1985))。

5 $-\text{CH}_2\text{O}-$ または $-\text{OCH}_2-$ 結合を有する化合物は、例えばナトリウムアミド (J. B. ライト等, ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー, 70, 3098 (1948))、炭酸カリウム (W. T. オルソン等, ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー, 69, 2451 (1947))、トリエチルアミン (R. L. Merker等, ザ ジャーナル
10 オブ オーガニック ケミストリー, 26, 5180 (1961))、水酸化ナトリウム (C. Wilkins, シンセシス, 1973, 156)、水酸化カリウム (J. Rebek等, ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 44, 1485 (1979))、酸化バリウム (N. カワベ等, ザ
15 ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 37, 4210 (1972))、水素化ナトリウム (C. J. Stark, テトラヘドロン レターズ, 22, 2089 (1981)、K. タカイ等, テトラヘドロン レターズ, 21, 1657 (1980)) 等の塩基の存在下、 α -ハロゲノメチル化合物 (5) と対応するアルコール、フェノール (3) またはシクロヘキサノール誘導体をジメチルス
20 ルホキシド、ジメチルホルムアミド (DMF)、1, 2-ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン、ヘキサメチルリン酸トリアミド、トルエン等の溶媒中で反応させることにより目的化合物例の (6) を製造することができる。

あるいは、スルホン酸エステル (T. Gramstad等, ジャーナル オブ
25 ジ ケミカル ソサイエティー, 4069 (1957)、P. M. Dewick, シンセティック コミュニケーションズ, 11, 853 (1981))、炭酸エステル (D. Grobelny等, テトラヘドロン レターズ, 2639 (1979)、M. Lissel等, シンセシス, 382 (1986)、R. L. Lakhmiri等, テトラヘドロン レターズ, 30, 4669 (1989))、亜りん酸エステル (Y. Kashman, ザ ジャーナル オブ オーガニック

ケミストリー, 37, 912 (1972)) 等のエステル誘導体 (7) と対応するアルコール、フェノール (3) またはシクロヘキサノール誘導体との反応から目的化合物例の (6) を製造することもできる。

原料であるカルボン酸誘導体は、公知の一般的な有機合成手法あるいはそれらの組み合わせにより製造することができる。例えば、ニトリル誘導体の加水分解 (R. C. Fuson等, オーガニック シンセシス, III, 557 (1955)、P. G. Baraldi等, ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 50, 23 (1985))、グリニャール試薬またはリチウム化合物と二酸化炭素との反応 (H. Gilman等, オーガニック シンセシス, I, 361 (1941)、Y. フクヤマ等, シンセシス, 443 (1974))、酸ハロゲン化物の加水分解 (N. O. V. Sonntag, ケミカルレビュー, 52, 237 (1953))、アルキル、アルコールまたはアルデヒド誘導体の酸化 (L. Friedman, オーガニック シンセシス, V, 810 (1973)、E. Turos等, ジャーナル オブ ジ アメリカンケミカル ソサイエティー, 111, 8231 (1989)、R. L. Shriner等, オーガニック シンセシス, II, 538 (1943)、D. Vakentine, Jr等, ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 45, 3698 (1980)、E. Dalcanales等, ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 51, 567 (1986)、E. J. Corey等, テトラヘドロン レターズ, 399 (1979)) 等の方法で容易に製造することができる。例を挙げてさらに詳しく説明すると、4-アルキルハロゲンベンゼンのグリニャール試薬を調製し、二酸化炭素と反応させることによりカルボン酸誘導体例の (8) を得ることができる。

また、フッ素置換体 (9) を1, 3-ジオキソランまたは1, 3-ジオキサン等の保護体とした後、L. Friedman等 (ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー, 96, 7101 (1974)) またはM. Tiecco等 (テトラヘドロン レターズ, 23, 4629 (1982)) の方法等によりアルキル化する。次いで、脱保護し、かくして得られるアルデヒド体 (10) を酸化クロム、二クロム酸、活性二酸化マンガ、酸化銀、亜塩素酸ナ

トリウム等の酸化剤で酸化することによりカルボン酸誘導体例の(11)を得ることができる。

さらに、他のフッ素置換体(12)を前述の方法でアルキル化した後、n-ブチルリチウム等の有機リチウム試薬および二酸化炭素と反応させることによりカルボン酸誘導体例の(13)を得ることができる。

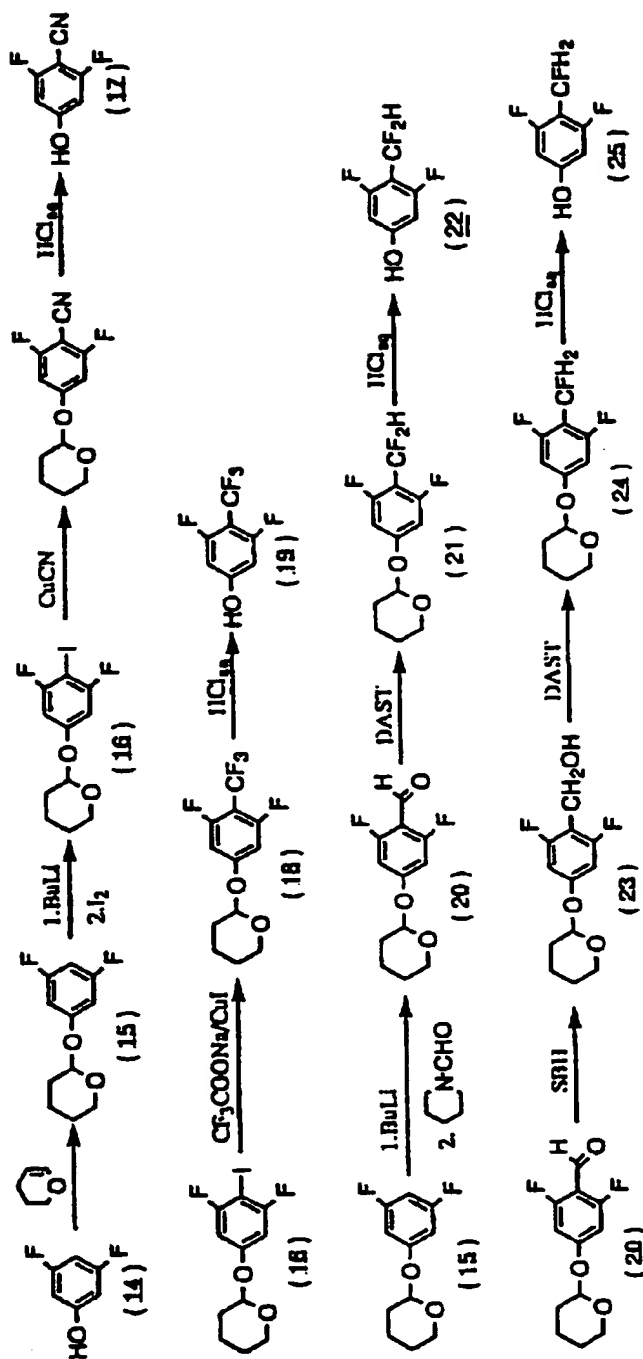
5

10

15

20

25

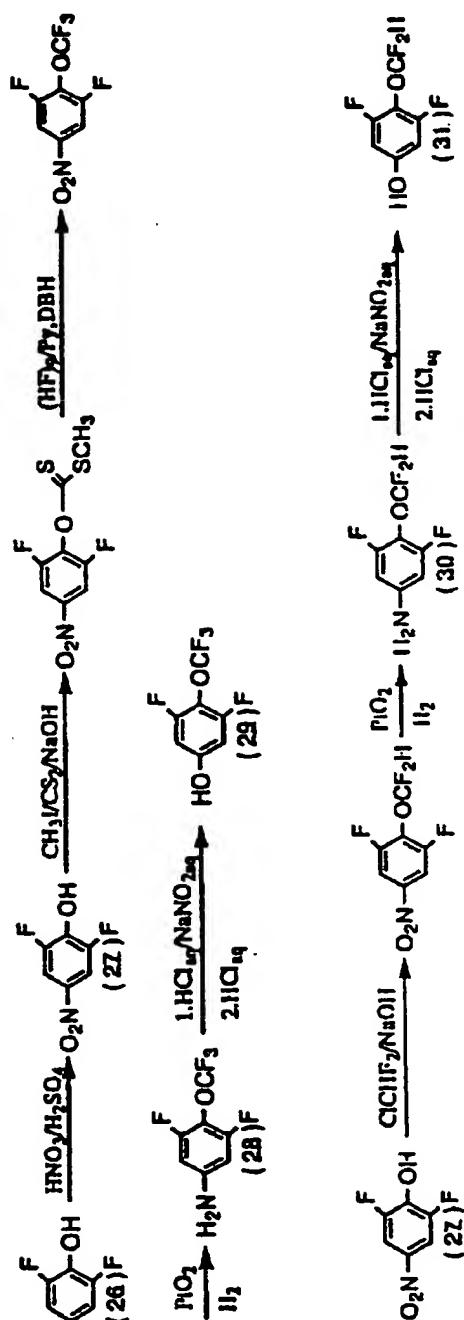


すなわち、置換フェノール (14) をテトラヒドロピラニル基等の保護基によりエーテル体 (15) とした後、*n*-ブチルリチウム等の有機リチウム試薬およびヨウ素と反応させてヨウ素体 (16) とする。このものをシアノ化した後、脱保護してフェノール誘導體例の (17) を得ることができる。

前記ヨウ素体 (16) をトリフルオロ酢酸ナトリウム／ヨウ化銅 (I) (G. E. Carr 等, ジャーナル オブ ジ ケミカル ソサイエティー パーキン
トランス リアクションズ 1, 921, (1988)) またはフルオロスル
ホニルジフルオロ酢酸メチル／ヨウ化銅 (I) (Q. Y. Chen 等, ジャーナ
ル オブ ジ ケミカル ソサイエティー ケミカル コミュニケーションズ,
5 705 (1989)) と反応させて、トリフルオロメチル体 (18) とし、この
ものを脱保護してフェノール誘導体例の (19) を得ることができる。

また、前記エーテル体 (15) を *n*-ブチルリチウムやフェニルリチウム等の
有機リチウム試薬および *N*-ホルミルピペリジン (G. A. Olah 等, アンゲ
バンテ ヘミー インターナショナル エディション イン イングリッシュ,
10 20, 878 (1981))、*N*-ホルミルモルホリン (G. A. Olah 等,
ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 49, 385 (198
4))、DMF (G. Boss 等, ケミッヒ ベリヒテ, 1199 (1989))
等のホルミル化剤と反応させてアルデヒド体 (20) とし、これをジエチルアミ
15 ノサルファートリフルオリド (DAST) (W. J. Middleton 等, ザ
ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー, 40, 574 (1975)、
S. Rozen 等, テトラヘドロン レターズ, 41, 111 (1985)、M.
Hudlicky, オーガニック リアクションズ, 35, 513 (1988)、
P. A. Messina 等, ジャーナル オブ フルオリン ケミストリー, 4
20 2, 137 (1989)) 等のフッ素化剤と反応させてジフルオロメチル体 (2
1) とする。このものを脱保護してフェノール誘導体例の (22) を得ることが
できる。

また、アルデヒド体 (20) を水素化ほう素ナトリウム (SBH)、水素化リ
チウムアルミニウム (LAH)、水素化ジイソブチルアルミニウム (DIBAL)
25 または水素化ビス (2-メトキシエトキシ) アルミニウムナトリウム (SBMEA)
等の還元剤により還元してアルコール体 (23) とし、これを DAST 等の
フッ素化剤と反応させモノフルオロメチル体 (24) とする。このものを脱保護
してフェノール誘導体例の (25) を得ることができる。

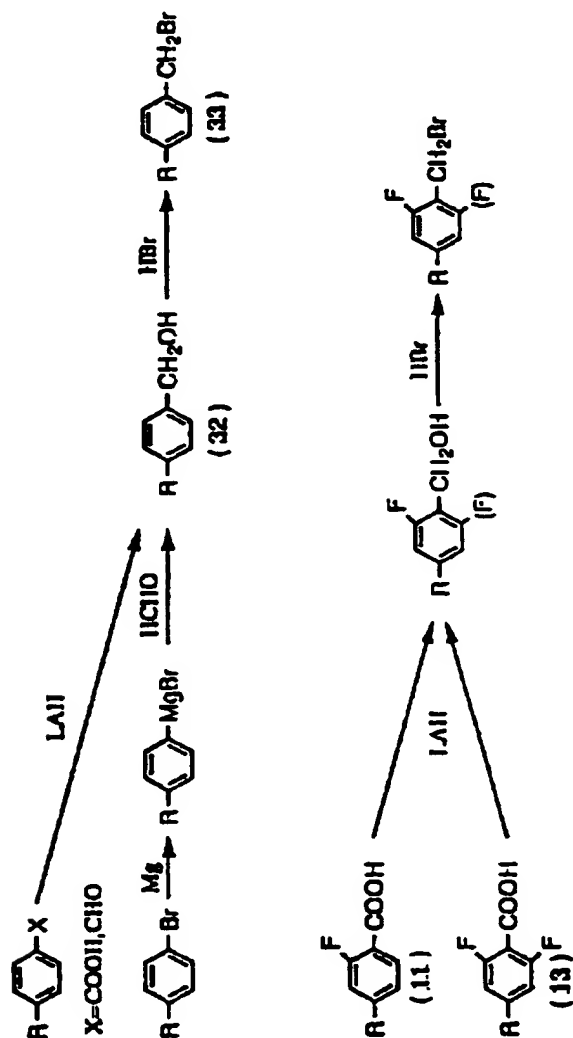


さらに、他の置換フェノール体 (2.6) を硝酸と硫酸の存在下に処理してニトロ化合物 (2.7) とした後、アルパート等の方法 (シンセティック コミュニケーションズ, 19, 547 (1989)) によりザンテートとする。これを黒星等の方法 (テトラヘドロン レターズ, 33, 29, 4173 (1992)) で

フッ素化した後、白金触媒の存在下、接触水素還元して化合物(28)とする。
次いで、塩酸および亜硝酸ナトリウムと反応させ、かくして得られるジアゾニウム
ム塩を加水分解してフェノール誘導体例の(29)を得ることができる。

また、ニトロ化合物(27)をクロロジフルオロメタン/水酸化ナトリウム
(特表平3-500413)の系中で反応させてフッ素化し、白金触媒の存在下、
接触水素還元して化合物(30)とする。次いで、塩酸および亜硝酸ナトリウム
と反応させ、かくして得られるジアゾニウム塩を加水分解してフェノール誘導体
例の(31)を得ることができる。

α -ハロゲノメチル化合物もまた従来公知の一般的有機合成手法により容易に
製造することができる。



例えば、4-アルキル安息香酸または4-アルキルベンズアルデヒド等のSBH、LAH、DIBAL、SBMEAまたはボラン等の還元剤による還元あるいは4-アルキルベンズハライドのグリニャール試薬とホルムアルデヒドとの反応(H. Gilman等, オーガニック シンセシス, I, 188 (1941))からアルコール体(32)を得る。該アルコール体(32)を塩化チオニル、臭化水素酸、ヨウ化水素酸またはヨウ化カリウム等のハロゲン化剤によりハロゲン化して α -ハロゲノメチル化合物例の(33)を得ることができる。

同様にフッ素置換体も前記カルボン酸誘導体例の(11)および(13)の還元反応およびハロゲン化反応から、それぞれ対応するフッ素置換 α -ハロゲノメチル化合物を得ることができる。

このようにして得られる本発明の液晶性化合物は、いずれも大きな $\Delta\epsilon$ を示すうえ、しきい値電圧の温度による変化が小さく、安定性に優れ、種々の液晶材料と容易に混合し、かつ低温下でも溶解性が良好であるためネマチック液晶組成物の構成成分として極めて優れている。

本発明の化合物は、現在主流となっているTF T型、TN型およびSTN型のいずれの液晶組成物においても構成成分として使用することができるが、一般式(1)で $X=CN$ である化合物はTNおよびSTN用として特に好適であり、 X がフッ素置換された基である化合物は、安定性が非常に優れることからTNおよびTF T用として特に好適である。

ネマチック液晶組成物の構成成分として使用する場合、低粘性の組成物を調製するには、2個あるいは3個の環を有する化合物を用いればよく、広い液晶相温度範囲を示す組成物を調製するには、3個あるいは4個の環を有する化合物を用いればよい。

Δn に関しても例えば、芳香環を有する化合物を用いた場合には、大きな値を示す組成物を調製することができ、シクロヘキサン環を有する化合物を用いた場合には、小さな値を示す組成物を調製することができる。

また、3-フルオロ-4-置換フェニル基あるいは3, 5-ジフルオロ-4-置換フェニル基を有する本化合物は大きな $\Delta\epsilon$ を示すが、他の環構造中の水素原子をフッ素原子に置換することによって、さらに大きな $\Delta\epsilon$ を付与ことが可能で

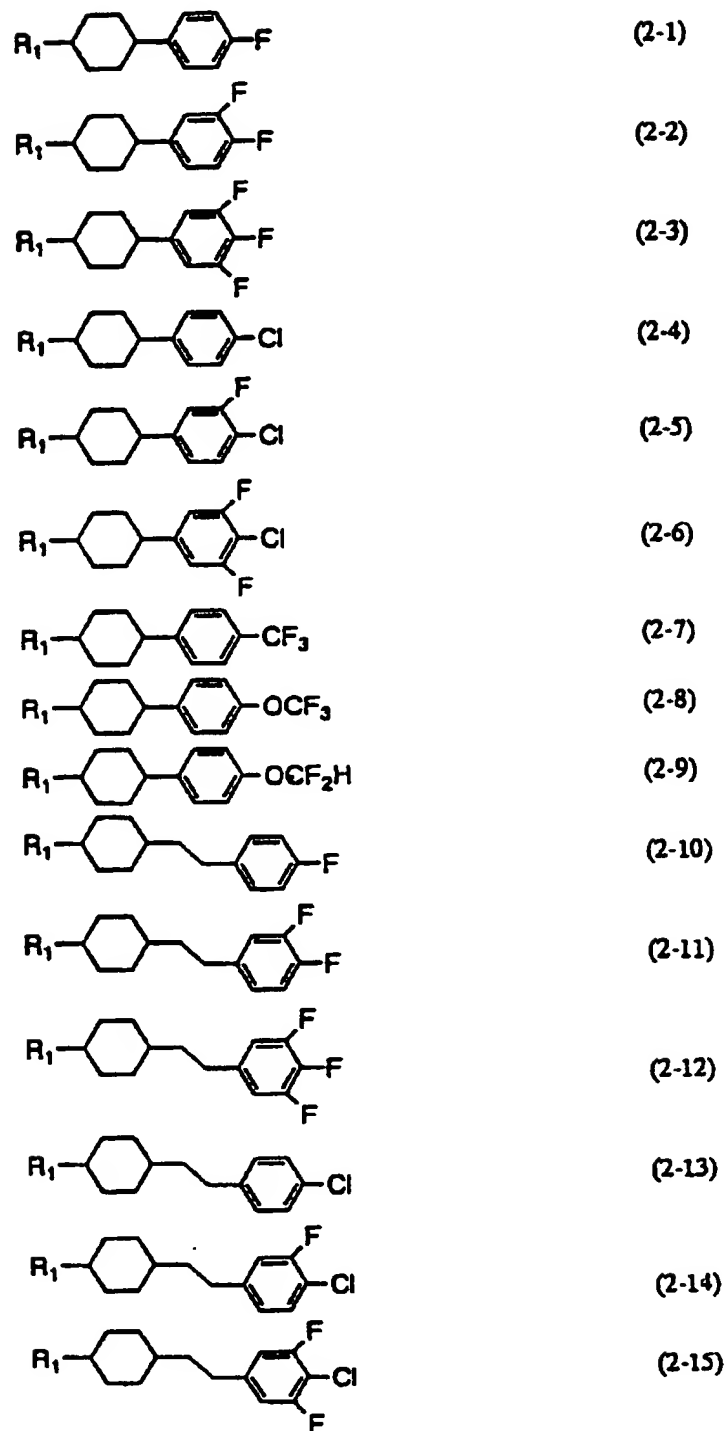
ある。

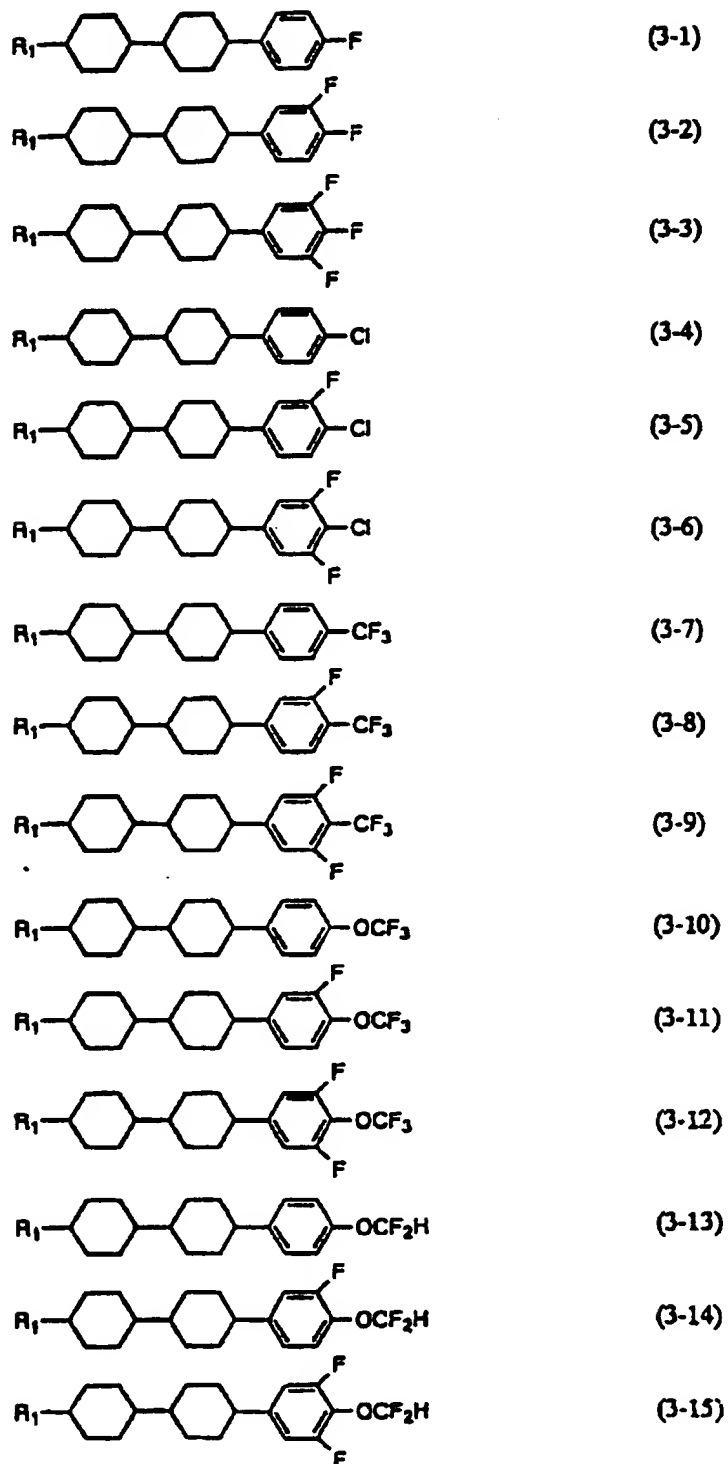
これらのことから化合物を適当に選択することにより所望の物性を有する液晶組成物を得ることができる。

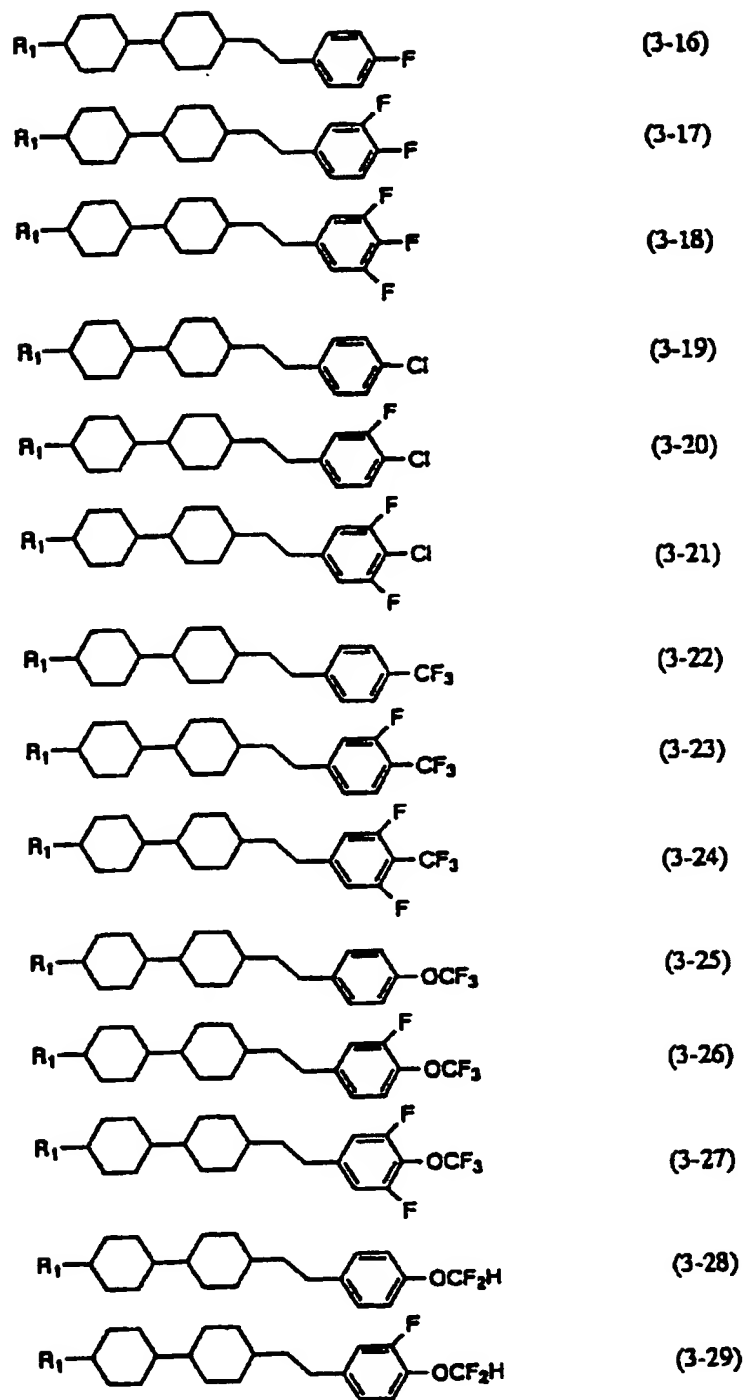
- 5 本発明により提供される液晶組成物は、一般式（１）で示される液晶性化合物を少なくとも１種類含む第一成分でもよいが、これに加え、第二成分として既述参照の一般式（２）、（３）および（４）からなる群から選ばれる少なくとも１種類の化合物（以下第二Ａ成分と称する）および／または一般式（５）、（６）、（７）、（８）および（９）からなる群から選ばれる少なくとも１種類の化合物（以下第二Ｂ成分と称する）を混合したものが好ましく、さらに、しきい値電圧、
10 液晶相温度範囲、屈折率異方性値、誘電率異方性値および粘度等を調整する目的で、公知の化合物を第三成分として混合することもできる。
- 上記第二Ａ成分のうち、一般式（２）に含まれる化合物の好適例として次の（２－１）～（２－１５）、一般式（３）に含まれる化合物の好適例として（３－１）～（３－４８）、一般式（４）に含まれる化合物の好適例として（４－１）
15 ～（４－５５）をそれぞれ挙げることができる。

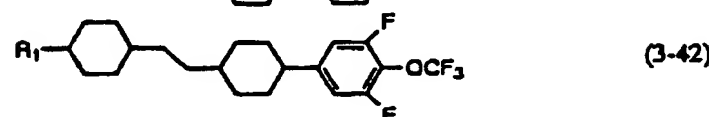
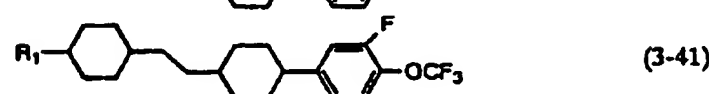
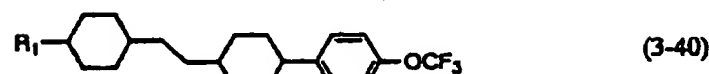
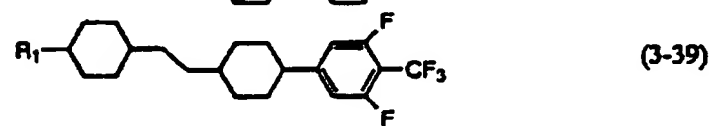
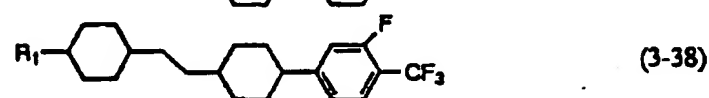
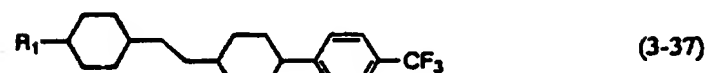
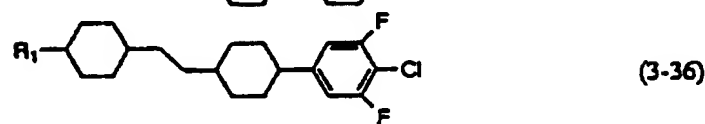
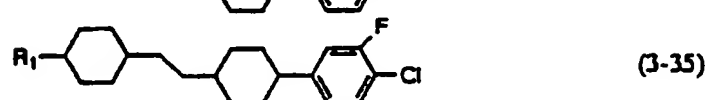
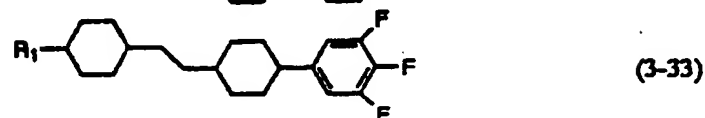
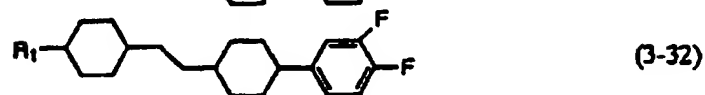
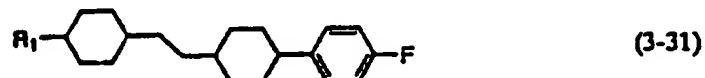
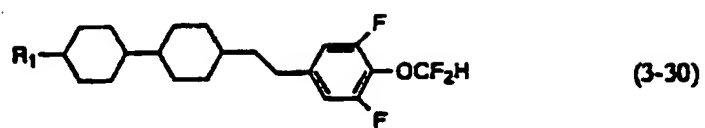
20

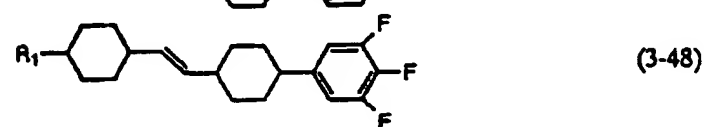
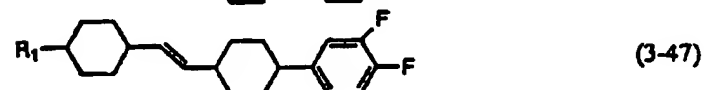
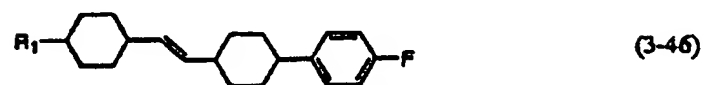
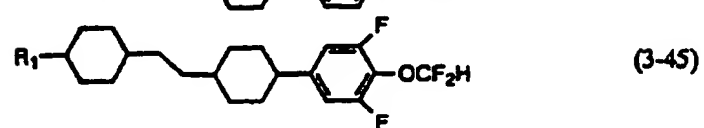
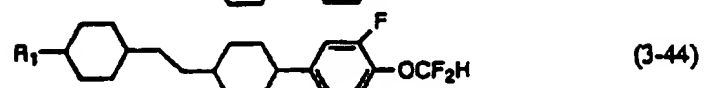
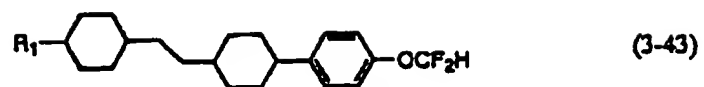
25



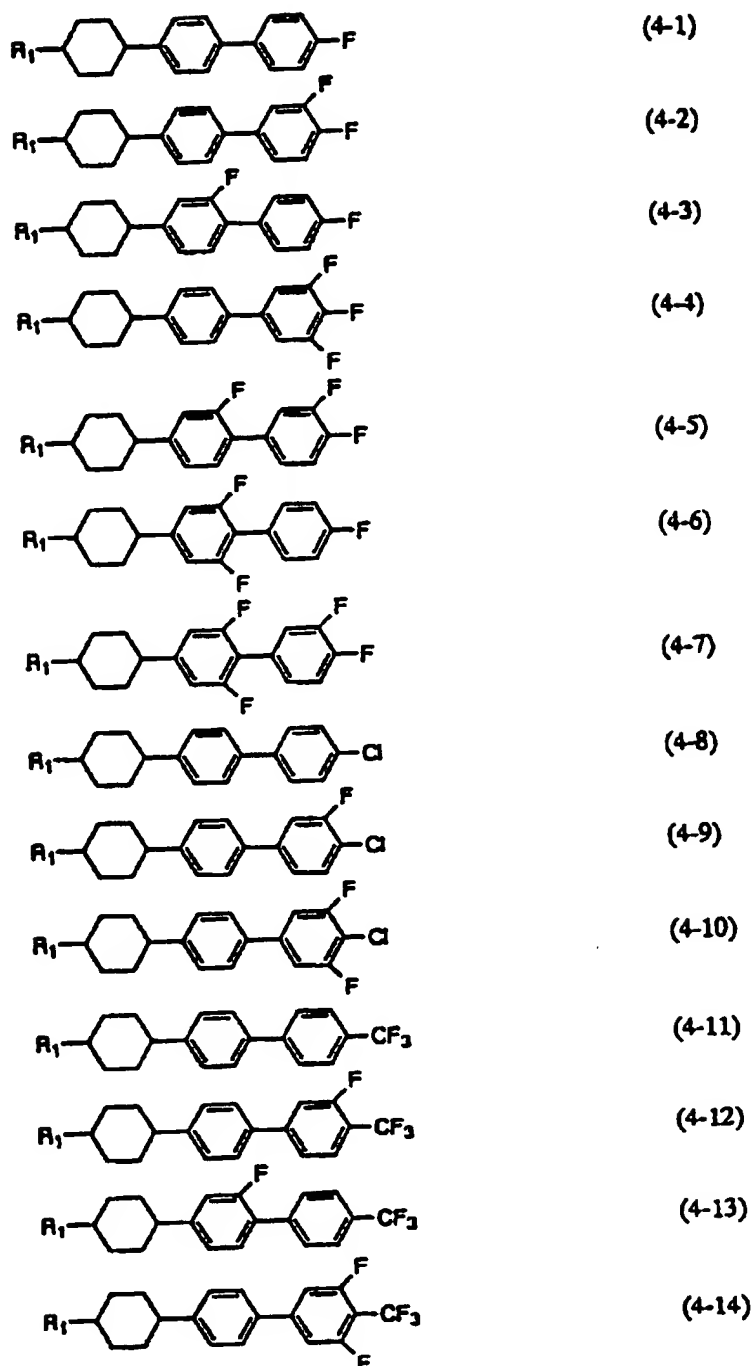


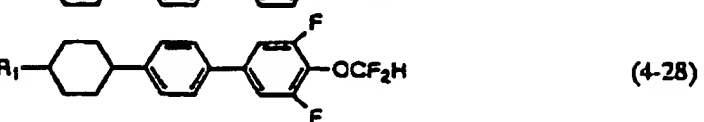
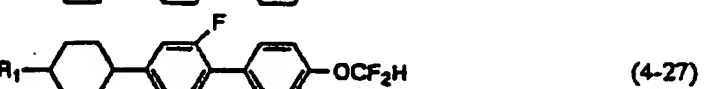
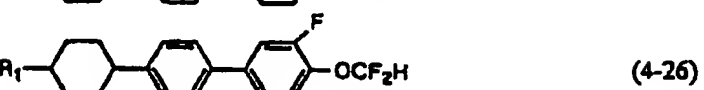
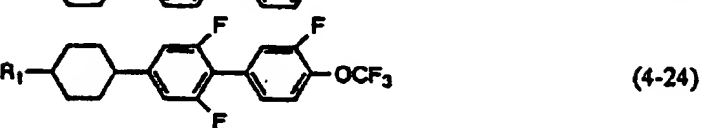
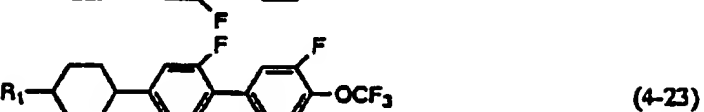
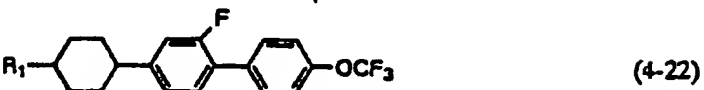
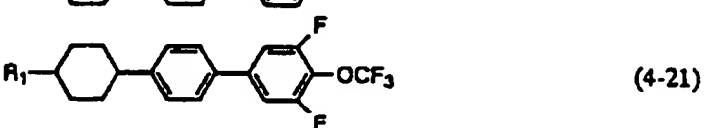
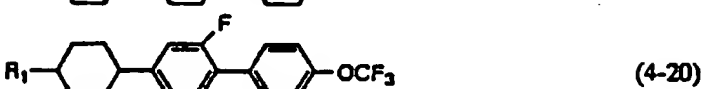
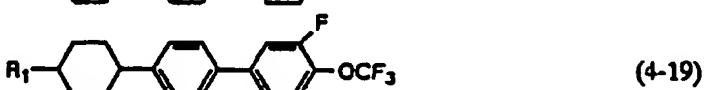
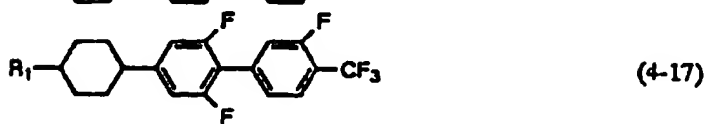
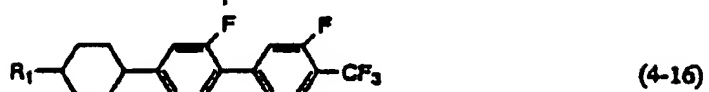
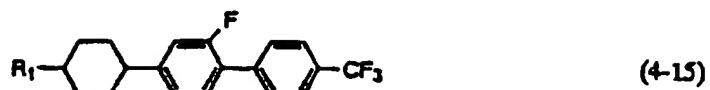


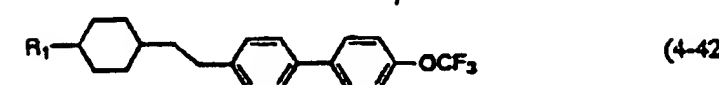
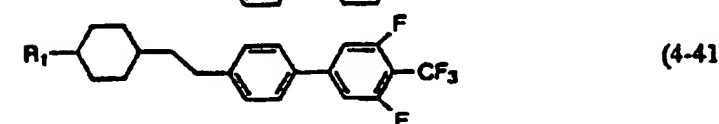
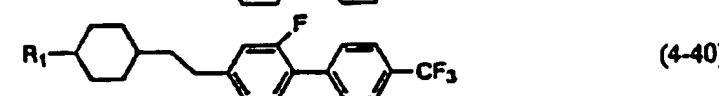
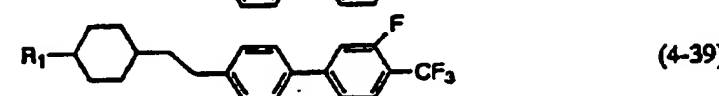
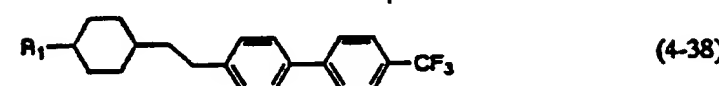
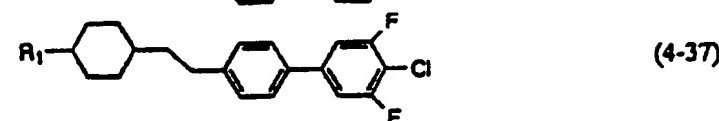
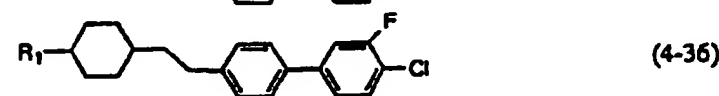
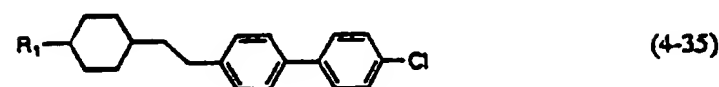
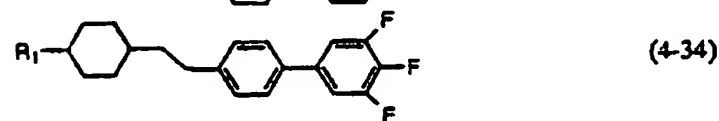
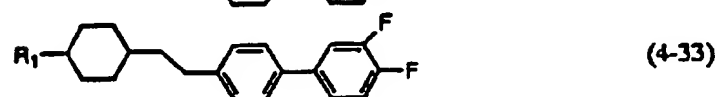
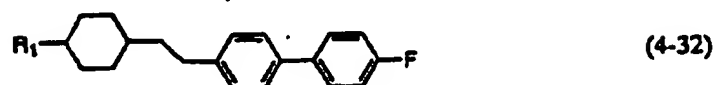
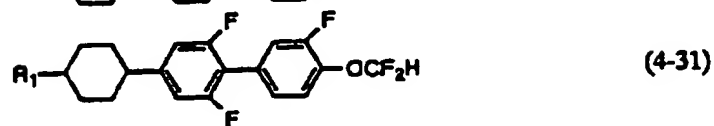
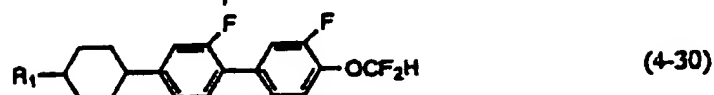
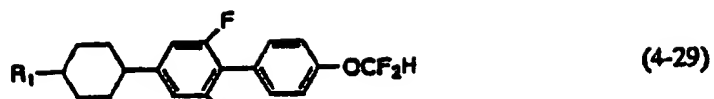


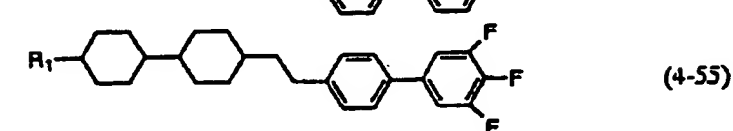
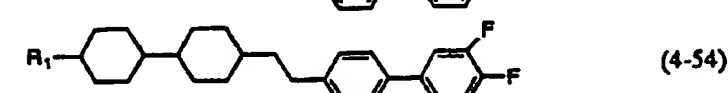
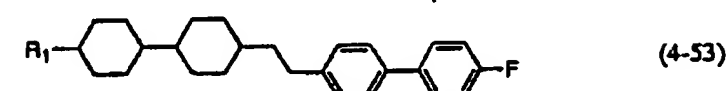
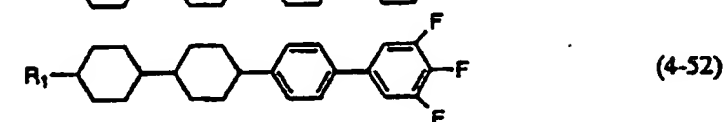
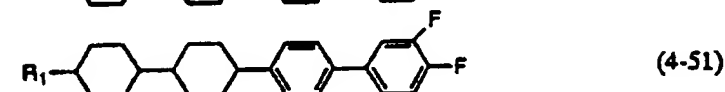
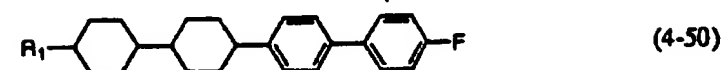
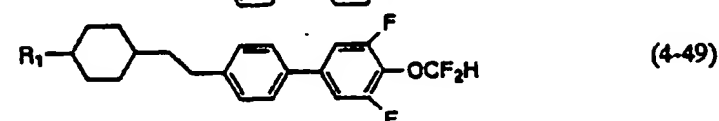
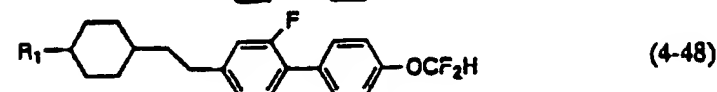
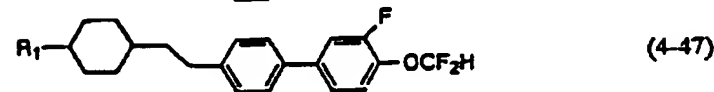
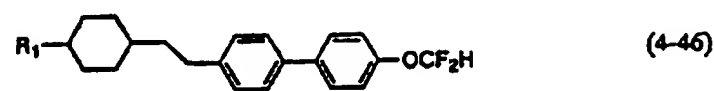
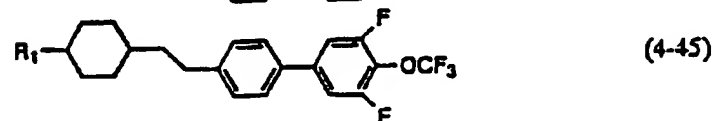
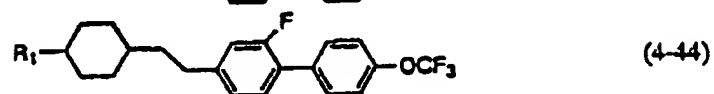
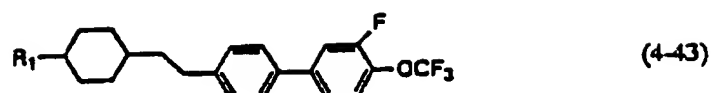


W 96/32365





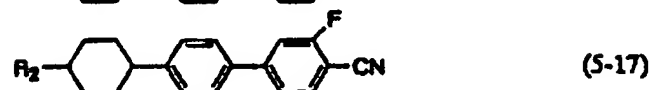
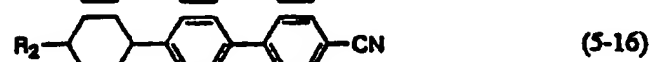
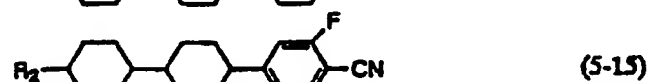
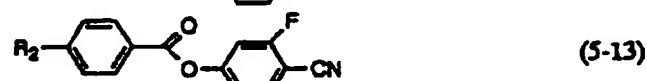
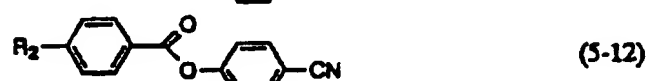
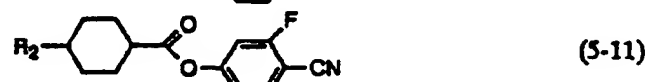
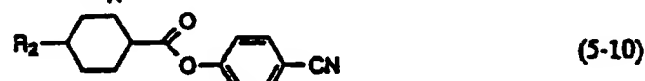
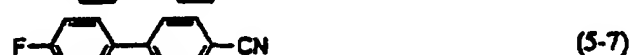
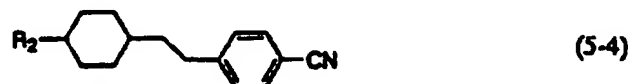


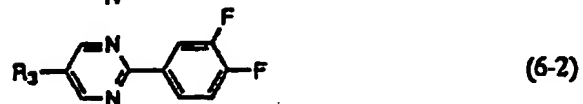
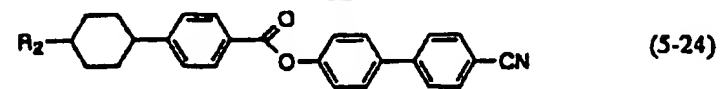
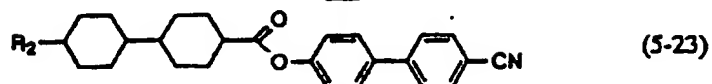
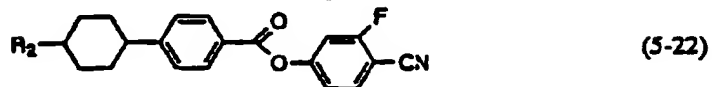
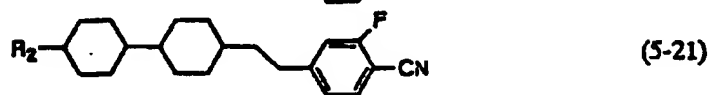
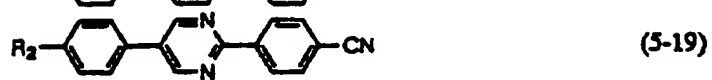
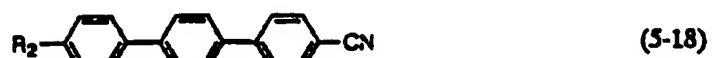


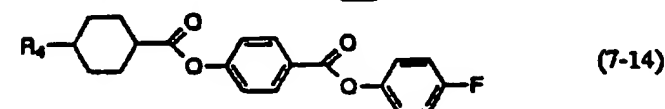
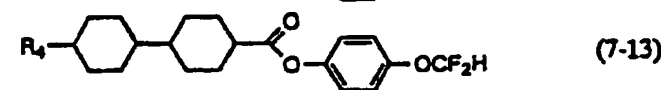
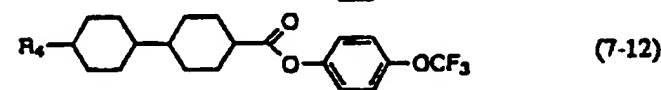
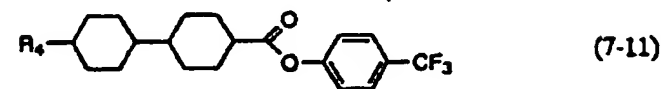
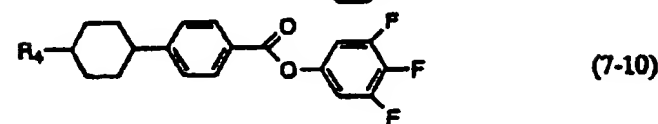
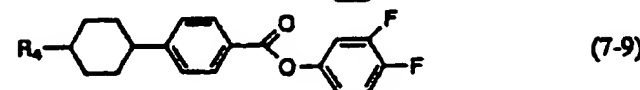
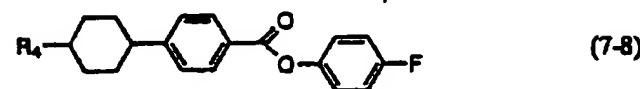
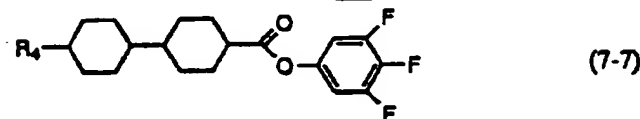
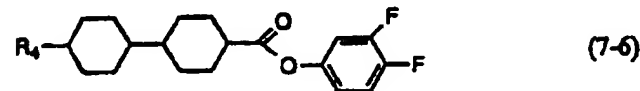
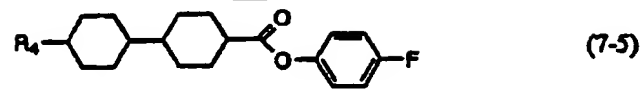
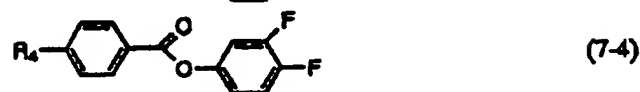
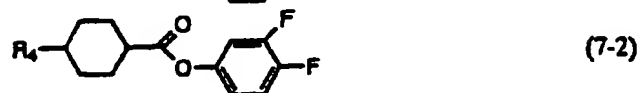
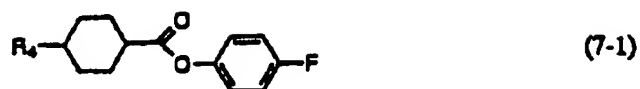
これらの一般式(2)～(4)で示される化合物は、誘電率異方性値が正を示し、熱安定性や化学的安定性が非常に優れている。

該化合物の使用量は、液晶組成物の全重量に対して1～99重量%の範囲が適するが、好ましくは10～97重量%、より好ましくは40～95重量%である。

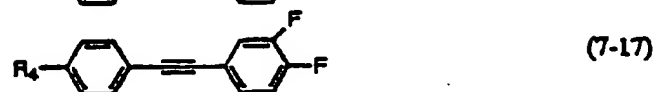
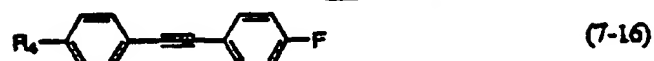
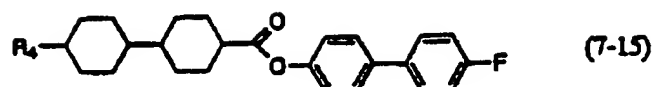
次に、前記第二B成分のうち、一般式(5)、(6)および(7)に含まれる化合物の好適例として、それぞれ(5-1)～(5-24)、(6-1)～(6-3)および(7-1)～(7-17)を挙げることができる。







5

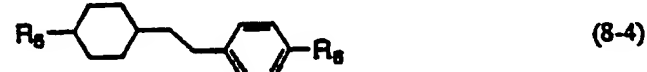
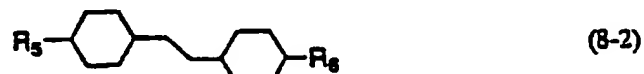


10

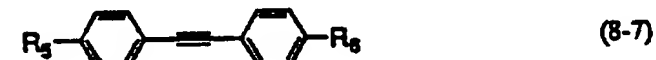
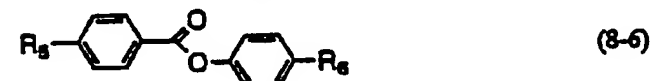
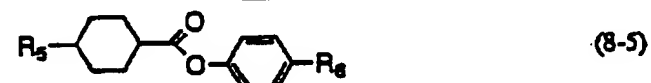
これらの一般式(5)～(7)で示される化合物は、誘電率異方性値が正でその値が大きく、組成物成分として特にしきい値電圧を小さくする目的で使用される。また、粘度の調整、屈折率異方性値の調整および液晶相温度範囲を広げる等の目的や、さらに急峻性を改良する目的にも使用される。

また第二B成分のうち、一般式(8)および(9)に含まれる化合物の好適例として、それぞれ(8-1)～(8-8)および(9-1)～(9-12)を挙げることができる。

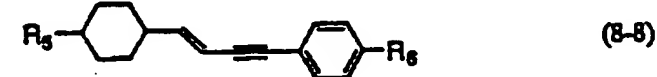
15

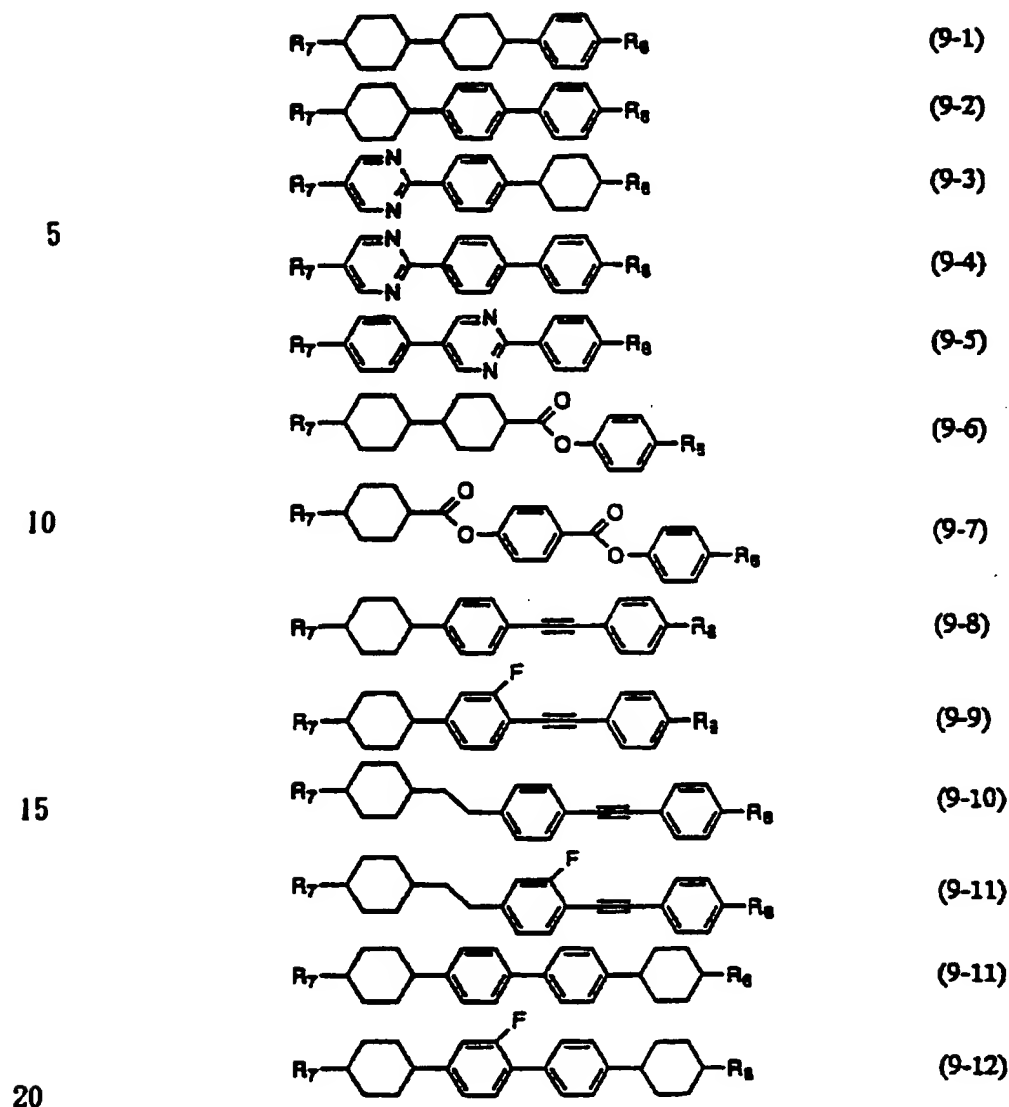


20



25





これらの一般式 (8) および (9) で示される化合物は、誘電率異方性値が負または弱い正の化合物であり、そのうち一般式 (8) で示される化合物は、組成物成分として、主に粘度低下や屈折率異方性値の調整の目的に、また一般式 (9) で示される化合物は、液晶相温度範囲を広げる目的および／または屈折率異方性値の調整を目的に使用される。

上記の一般式 (5) ~ (9) で示される化合物は、特に STN 型表示方式や通常の TN 型表示方式用の液晶組成物を調製する場合に不可欠な化合物である。該化合物の使用量は、通常の STN 型表示方式や TN 型表示方式用の液晶組成物を

調製する場合には、液晶組成物の全重量に対して1～99重量%の範囲が適するが、好ましくは10～97重量%、より好ましくは40～95重量%の範囲である。

5 本発明に従い提供される液晶組成物は、一般式(1)で示される液晶性化合物の少なくとも1種類を0.1～99重量%の割合で含有することが、優良な特性を発現せしめるために好ましい。

10 該液晶組成物はそれ自体公知の方法、例えば種々の成分を高温度下で相互に溶解させる方法等により一般に調製される。また、必要により、適当な添加物を加えることによって、意図する用途に応じた改良がなされ、最適化される。このような添加物は当該業者によく知られており、文献などに詳細に記載されている。通常、液晶のらせん構造を誘起して必要なねじれ角を調整し、逆ねじれを防ぐと

15 いった効果を有するキラルドーパ剤などが添加される。また、メロシアニン系、スチリル系、アゾ系、アゾメチン系、アゾキシ系、キノフタロン系、アントラキノン系およびテトラジン系等の二色性色素を添加すれば、GH型用の液晶組成物として使用することもできる。本発明に係る組成物は、ネマチック液晶をマイクロカプセル化して作製したNCAPや、液晶中に三次元網目状高分子を形成して作製したポリマー分散型液晶表示素子(PDLC)例えばポリマーネットワーク液晶表示素子(PNLC)用をはじめ、複屈折制御(ECB)型やDS型用の液晶組成物としても使用できる。

20 本発明の化合物を含有する液晶組成物例として以下のものを示すことができる。なお、化合物のNo. は後述の実施例中に示されるそれと同一である。

組成例 1

	(No. 3)	7重量%
	(No. 1)	7重量%
	(No. 235)	13重量%
	(No. 236)	13重量%
	(No. 237)	13重量%
	(No. 174)	7重量%
	(No. 175)	8重量%
	(No. 176)	8重量%
	(No. 194)	10重量%
	(No. 197)	10重量%
	(No. 386)	2重量%
	(No. 350)	2重量%

組成例 2

	(No. 113)	5重量%
	(No. 150)	5重量%
	(No. 152)	5重量%
	(No. 219)	10重量%
	(No. 220)	10重量%
	(No. 236)	10重量%
	(No. 237)	10重量%
	(No. 213)	10重量%
	(No. 239)	10重量%
	(No. 175)	5重量%
	(No. 176)	4重量%
	(No. 195)	4重量%
	(No. 196)	4重量%
	(No. 191)	4重量%
	(No. 192)	4重量%

組成例 3

	(No. 3)	4 重量%
	(No. 1)	4 重量%
	(No. 235)	8 重量%
	(No. 236)	8 重量%
	(No. 237)	8 重量%
	(No. 174)	4 重量%
	(No. 175)	4 重量%
	(No. 176)	4 重量%
	(No. 194)	6 重量%
	(No. 197)	6 重量%
	(No. 388)	2 重量%
	(No. 350)	2 重量%
		6 重量%
		4 重量%
		3 重量%
		10 重量%
		5 重量%
		6 重量%
		6 重量%

組成例 4

	(No. 113)	3重量%
	(No. 150)	4重量%
	(No. 152)	3重量%
	(No. 219)	7重量%
	(No. 220)	7重量%
	(No. 236)	7重量%
	(No. 237)	7重量%
	(No. 213)	7重量%
	(No. 239)	7重量%
	(No. 175)	4重量%
	(No. 176)	3重量%
	(No. 195)	3重量%
	(No. 196)	3重量%
	(No. 191)	3重量%
	(No. 192)	2重量%
		6重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%

WO 96/32365

組成例 5

	(No. 42)	3重量%
	(No. 235)	4重量%
	(No. 236)	4重量%
	(No. 189)	4重量%
	(No. 190)	3重量%
	(No. 343)	2重量%
		10重量%
		12重量%
		12重量%
		12重量%
		4重量%
		2重量%
		4重量%
		6重量%
		6重量%
		12重量%

組成例 6

	(No. 3)	2重量%
	(No. 218)	6重量%
	(No. 219)	6重量%
	(No. 175)	5重量%
	(No. 177)	5重量%
	(No. 178)	4重量%
		3重量%
		5重量%
		5重量%
		10重量%
		10重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		10重量%
		3重量%
		3重量%

組成例 7

	(No. 40)	5重量%
	(No. 42)	5重量%
	(No. 45)	2重量%
	(No. 238)	3重量%
	(No. 195)	3重量%
		10重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%
		10重量%
		10重量%
		20重量%

組成例 8

	(No. 309)	5重量%
	(No. 310)	4重量%
	(No. 218)	5重量%
	(No. 179)	5重量%
	(No. 182)	5重量%
	(No. 351)	3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%

組成例 9

	(No. 41)	4重量%
	(No. 198)	5重量%
	(No. 219)	6重量%
	(No. 368)	2重量%
		5重量%
		8重量%
		7重量%
		7重量%
		1.4重量%
		3重量%
		8重量%
		3重量%
		1.0重量%
		6重量%
		4重量%
		4重量%
		2重量%

組成例 10

	(No. 213)	4 重量%
	(No. 239)	4 重量%
	(No. 193)	3 重量%
	(No. 214)	5 重量%
	(No. 215)	5 重量%
	(No. 218)	4 重量%
		5 重量%
		2 重量%
		8 重量%
		8 重量%
		8 重量%
		5 重量%
		5 重量%
		10 重量%
		5 重量%
		4 重量%
		5 重量%
		3 重量%
		3 重量%
		2 重量%
		2 重量%

組成例 11

	(No. 191)	3重量%
	(No. 192)	3重量%
	(No. 334)	2重量%
	(No. 175)	6重量%
	(No. 176)	6重量%
	(No. 177)	2重量%
	(No. 178)	2重量%
		3重量%
		5重量%
		7重量%
		7重量%
		7重量%
		6重量%
		3重量%
		6重量%
		3重量%
		3重量%
		6重量%
		4重量%
		3重量%
		3重量%
		5重量%
		2重量%

組成例 1 2

	(No. 2)	3 重量%
	(No. 4)	2 重量%
	(No. 424)	6 重量%
	(No. 344)	2 重量%
	(No. 199)	3 重量%
	(No. 200)	3 重量%
		5 重量%
		6 重量%
		5 重量%
		4 重量%
		4 重量%
		4 重量%
		7 重量%
		7 重量%
		14 重量%
		2 重量%
		5 重量%
		5 重量%
		5 重量%
		3 重量%
		3 重量%
		2 重量%

組成例 13

	(No. 355)	2重量%
	(No. 365)	2重量%
	(No. 214)	3重量%
	(No. 216)	2重量%
		5重量%
		6重量%
		12重量%
		12重量%
		12重量%
		4重量%
		2重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		10重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		5重量%

組成例 14

	(No. 309)	6重量%
	(No. 310)	4重量%
	(No. 235)	6重量%
	(No. 237)	6重量%
	(No. 367)	2重量%
	(No. 365)	2重量%
		3重量%
		3重量%
		6重量%
		2重量%
		2重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		3重量%
		3重量%
		10重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%

組成例 15

	(No. 205)	5重量%
	(No. 206)	5重量%
	(No. 207)	5重量%
	(No. 277)	3重量%
	(No. 249)	3重量%
		7重量%
		7重量%
		3重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		2重量%
		2重量%
		3重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%

組成例 16

	(No. 40)	5 重量%
	(No. 42)	5 重量%
	(No. 218)	4 重量%
	(No. 219)	4 重量%
	(No. 388)	2 重量%
		5 重量%
		5 重量%
		10 重量%
		7 重量%
		4 重量%
		10 重量%
		8 重量%
		10 重量%
		3 重量%
		3 重量%
		8 重量%
		7 重量%

組成例 17

	(No. 3)	5 重量%
	(No. 6)	5 重量%
	(No. 424)	6 重量%
	(No. 354)	2 重量%
		10 重量%
		10 重量%
		2 重量%
		8 重量%
		10 重量%
		10 重量%
		2 重量%
		2 重量%
		14 重量%
		4 重量%
		4 重量%
		3 重量%
		3 重量%

組成例 18

	(No. 46)	5重量%
	(No. 238)	5重量%
	(No. 213)	4重量%
	(No. 335)	3重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%
		15重量%
		2重量%
		7重量%
		5重量%
		4重量%
		3重量%
		2重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		4重量%
		2重量%




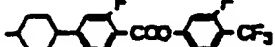





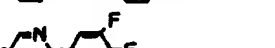




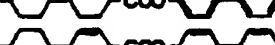

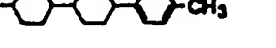



組成例 19

	(No. 2)	5重量%
	(No. 208)	5重量%
	(No. 180)	3重量%
	(No. 308)	5重量%
	(No. 387)	3重量%
		4重量%
		2重量%
		10重量%
		10重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		7重量%
		9重量%
		4重量%
		2重量%
		2重量%

組成例 20

	(No. 278)	5重量%
	(No. 174)	5重量%
	(No. 175)	5重量%
	(No. 343)	2重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%
		6重量%
		8重量%
		1重量%
		1重量%
		1重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		2重量%
		10重量%
		4重量%
		8重量%
		3重量%

組成例 2 1

C_2H_5 - 	(No. 189)	6重量%
C_3H_7 - 	(No. 173)	6重量%
C_3H_7 - 	(No. 177)	4重量%
C_6H_{11} - 	(No. 178)	4重量%
C_2H_5 - 	(No. 40)	5重量%
C_3H_7 - 	(No. 42)	4重量%
C_3H_7 - 		6重量%
C_4H_9 - 		6重量%
C_2H_5 - 		10重量%
C_3H_7 - 		4重量%
C_3H_7 - 		5重量%
C_3H_7 - 		8重量%
C_6H_5 - 		6重量%
C_6H_{11} - 		6重量%
C_3H_7 - 		5重量%
C_6H_{11} - 		4重量%
C_3H_7 - 		2重量%
C_3H_7 - 		2重量%
C_3H_7 - 		2重量%
C_3H_7 - 		5重量%

W 96/32365

組成例 2 2

	(No. 42)	5重量%
	(No. 334)	2重量%
	(No. 235)	8重量%
	(No. 236)	9重量%
	(No. 237)	8重量%
	(No. 351)	3重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		2重量%
		2重量%
		2重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%

組成例 23

	(No. 277)	4重量%
	(No. 208)	5重量%
	(No. 207)	5重量%
	(No. 424)	7重量%
	(No. 355)	2重量%
		8重量%
		7重量%
		7重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		4重量%
		4重量%
		4重量%
		4重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%

組成例 24

	(No. 179)	5重量%
	(No. 181)	5重量%
	(No. 182)	5重量%
	(No. 195)	5重量%
	(No. 365)	2重量%
		4重量%
		5重量%
		4重量%
		10重量%
		10重量%
		5重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		5重量%
		6重量%
		5重量%
		4重量%
		4重量%
		3重量%
		4重量%

組成例 2 5

	(No. 42)	5重量%
	(No. 235)	8重量%
	(No. 236)	8重量%
	(No. 237)	7重量%
	(No. 355)	5重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%
		7重量%
		7重量%
		7重量%
		8重量%
		5重量%
		5重量%

組成例 26

	(No. 235)	5重量%
	(No. 238)	5重量%
	(No. 310)	5重量%
	(No. 311)	5重量%
	(No. 388)	2重量%
		7重量%
		6重量%
		10重量%
		10重量%
		5重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%

組成例 27

	(No. 218)	7重量%
	(No. 219)	6重量%
	(No. 220)	6重量%
	(No. 344)	3重量%
	(No. 179)	4重量%
	(No. 181)	4重量%
	(No. 189)	3重量%
	(No. 173)	3重量%
	(No. 351)	3重量%
		10重量%
		7重量%
		4重量%
		13重量%
		13重量%
		7重量%
		7重量%

組成例 28

	(No. 238)	4重量%
	(No. 213)	5重量%
	(No. 175)	4重量%
	(No. 176)	4重量%
	(No. 345)	3重量%
	(No. 177)	3重量%
		8重量%
		8重量%
		7重量%
		5重量%
		4重量%
		7重量%
		7重量%
		7重量%
		2重量%
		2重量%
		8重量%
		8重量%
		4重量%

組成例 29

	(No. 3)	5重量%
	(No. 5)	4重量%
	(No. 215)	3重量%
	(No. 218)	3重量%
		5重量%
		5重量%
		4重量%
		5重量%
		4重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		4重量%
		2重量%
		2重量%
		4重量%
		3重量%
		5重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		2重量%
		2重量%
		2重量%

組成例 30

	(No. 8)	5 重量%
	(No. 334)	3 重量%
	(No. 179)	3 重量%
	(No. 180)	3 重量%
	(No. 354)	3 重量%
	(No. 424)	3 重量%
		5 重量%
		4 重量%
		4 重量%
		4 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		8 重量%
		6 重量%
		3 重量%

組成例 3 1

	(No. 43)	3重量%
	(No. 189)	5重量%
	(No. 173)	3重量%
	(No. 195)	4重量%
	(No. 310)	4重量%
	(No. 350)	2重量%
		8重量%
		5重量%
		4重量%
		10重量%
		10重量%
		7重量%
		8重量%
		8重量%
		7重量%
		6重量%
		6重量%

組成例 3 2

	(No. 235)	5重量%
	(No. 236)	5重量%
	(No. 205)	10重量%
	(No. 206)	8重量%
		7重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		4重量%
		6重量%
		3重量%
		7重量%
		5重量%
		2重量%
		4重量%
		4重量%
		2重量%
		2重量%
		6重量%
		5重量%

組成例 3 3

	(No. 205)	5重量%
	(No. 206)	3重量%
	(No. 276)	5重量%
	(No. 277)	5重量%
		6重量%
		6重量%
		4重量%
		3重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		4重量%
		4重量%
		6重量%
		5重量%
		5重量%
		4重量%
		1.2重量%
		4重量%
		4重量%

組成例 3 4

	(No. 205)	5重量%
	(No. 277)	5重量%
	(No. 249)	3重量%
	(No. 425)	8重量%
	(No. 424)	7重量%
		10重量%
		8重量%
		4重量%
		4重量%
		3重量%
		2重量%
		2重量%
		2重量%
		8重量%
		8重量%
		8重量%
		4重量%
		4重量%
		5重量%
		2重量%

組成例 3 5

	(No. 78)	6 重量%
	(No. 164)	4 重量%
	(No. 228)	6 重量%
	(No. 267)	6 重量%
	(No. 331)	2 重量%
	(No. 352)	2 重量%
		3 重量%
		3 重量%
		6 重量%
		2 重量%
		2 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		3 重量%
		3 重量%
		10 重量%
		8 重量%
		8 重量%
		8 重量%

組成例 36

	(No. 379)	3重量%
	(No. 397)	2重量%
	(No. 439)	6重量%
	(No. 344)	2重量%
	(No. 452)	3重量%
	(No. 484)	3重量%
	(No. 493)	3重量%
		6重量%
		5重量%
		4重量%
		4重量%
		4重量%
		7重量%
		7重量%
		14重量%
		2重量%
		5重量%
		6重量%
		5重量%
		3重量%
		3重量%
		2重量%

組成例 37

	(No. 17)	5重量%
	(No. 98)	2重量%
	(No. 189)	9重量%
	(No. 256)	9重量%
	(No. 363)	9重量%
	(No. 286)	3重量%
	(No. 209)	9重量%
		10重量%
		10重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		2重量%
		2重量%
		2重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%

組成例 3 8

	(No. 389)	6 重量%
	(No. 422)	6 重量%
	(No. 441)	4 重量%
	(No. 474)	4 重量%
	(No. 485)	4 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		10 重量%
		4 重量%
		5 重量%
		8 重量%
		6 重量%
		6 重量%
		5 重量%
		4 重量%
		2 重量%
		2 重量%
		2 重量%
		5 重量%

WO 96/32365

組成例 3 9

	(No. 205)	5 重量%
(E) CH ₃ CH=CHC ₂ H ₅ -C ₆ H ₄ -COO-C ₆ H ₃ F ₂ CN		5 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -CN		20 重量%
CH ₃ -C ₆ H ₄ -C≡C-C ₆ H ₄ -C ₃ H ₇		5 重量%
C ₂ H ₅ -C ₆ H ₄ -C≡C-C ₆ H ₄ -CH ₃		10 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₅		11 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -CH ₃		11 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₄ -C ₃ H ₇		9 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -CH ₂ CH ₂ -C ₆ H ₄ -C≡C-C ₆ H ₄ -C ₂ H ₅		4 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -CH ₂ CH ₂ -C ₆ H ₄ -C≡C-C ₆ H ₄ -C ₃ H ₇		4 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -CH ₂ CH ₂ -C ₆ H ₄ -C≡C-C ₆ H ₄ -C ₄ H ₉		4 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₃ F-C≡C-C ₆ H ₄ -C ₂ H ₅		6 重量%
C ₃ H ₇ -C ₆ H ₄ -C ₆ H ₃ F-C≡C-C ₆ H ₄ -C ₃ H ₇		6 重量%

組成例 40

	(No. 277)	10重量%
		11重量%
(E)		10重量%
		10重量%
		5重量%
		8重量%
		8重量%
		4.2重量%
		4.2重量%
		4.2重量%
		4.2重量%
		4.2重量%
		5重量%
		5重量%
		5重量%
		4重量%
















































組成例 4 1

	(No. 277)	10重量%
	(No. 205)	5重量%
		10重量%
		10重量%
		7重量%
		13重量%
		12重量%
		4重量%
		6重量%
		9重量%
		3重量%
		3重量%
		8重量%

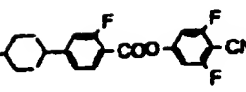


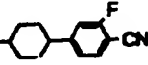
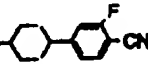
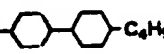
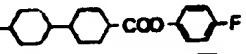
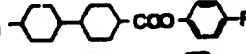
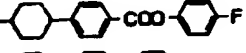

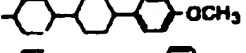
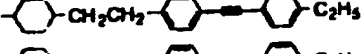
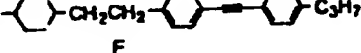
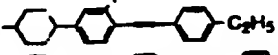

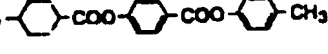
組成例 4 2

	(No. 440)	10重量%
		8重量%
		4重量%
		4重量%
		3重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		3重量%
		4重量%
		4重量%
		6重量%
		6重量%
		6重量%
		4重量%
		4重量%
		4重量%

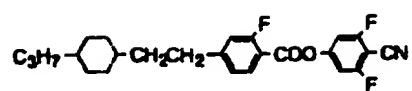
組成例 4 3

C_6H_5 -  -  -COO- 	(No. 205)	6重量%
C_3H_7 -  - 		10重量%
C_4H_9 -  - 		10重量%
C_2H_5 -  -COO- 		10重量%
C_3H_7 -  - 		3重量%
C_3H_{11} -  - 		3重量%
C_3H_7 -  -COO-  -OC $_4$ H $_9$		10.2重量%
C_4H_9 -  -COO-  -OC $_2$ H $_5$		7.7重量%
C_3H_{11} -  -COO-  -OCH $_3$		7.7重量%
C_3H_7 -  -COO-  -OC $_2$ H $_5$		6.3重量%
C_8H_{11} -  -COO-  -OC $_2$ H $_5$		5.1重量%
CH $_3$ O-  -COO-  -C $_2$ H $_5$		2重量%
C_3H_{11} -  -COO-  -CH $_3$		2重量%
C_3H_7 -  -  -COOCH $_3$		2重量%
C_3H_7 -  -  - 		6重量%
C_3H_7 -  -  -COO-  -  - 		3重量%
C_3H_7 -  -  -COO-  -  - 		3重量%
C_6H_{11} -  -  -COO-  -  - 		3重量%

組成例 4 4

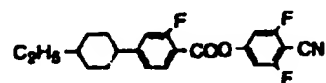
C_2H_5 - 	(No. 205)	1.2重量%
C_2H_5 - 		1.2重量%
C_3H_7 - 		3重量%
C_2H_5 - 		1.2重量%
C_3H_7 - 		1.5重量%
C_3H_7 - 		6重量%
C_3H_7 - 		5重量%
C_8H_{11} - 		3重量%
C_3H_7 - 		2重量%
C_3H_7 - 		8重量%
C_3H_7 - 		4重量%
C_3H_7 - 		5重量%
C_3H_7 - 		5重量%
C_3H_7 - 		3重量%
C_3H_7 - 		3重量%
C_3H_7 - 		2重量%

組成例 4 5



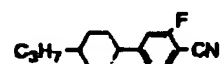
(No. 277)

7 重量%

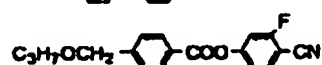


(No. 205)

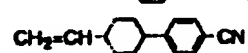
3 重量%



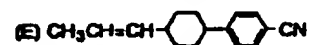
6 重量%



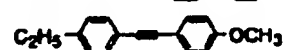
5 重量%



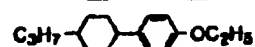
10 重量%



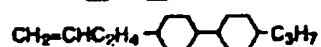
10 重量%



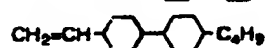
10 重量%



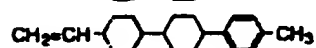
10 重量%



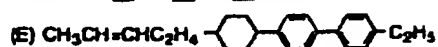
5 重量%



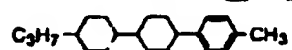
6 重量%



10 重量%



10 重量%

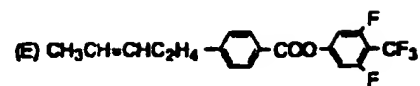


10 重量%

組成例 4 6

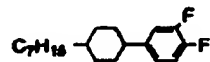
	(Nu. 189)	5重量%
	(Nu. 237)	5重量%
		9重量%
		10重量%
		10重量%
		10重量%
		8.4重量%
		4.2重量%
		8.4重量%
		7.5重量%
		7.5重量%
		1.5重量%

組成例 4 7

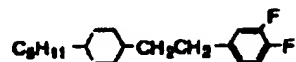


(No. 8)

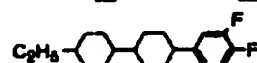
8 重量%



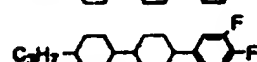
10 重量%



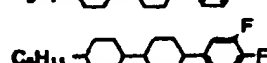
3 重量%



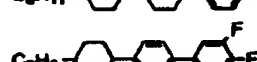
4.8 重量%



4.7 重量%



4.7 重量%



8.3 重量%



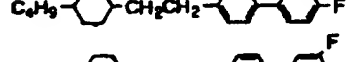
8.3 重量%



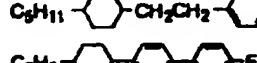
16.4 重量%



3 重量%



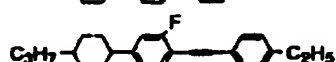
3 重量%



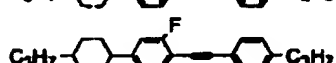
4 重量%



4 重量%



6 重量%



6 重量%



6 重量%

組成例 4 8

	(No. 191)	3重量%
	(No. 238)	3重量%
		4重量%
		13.4重量%
		13.3重量%
		13.3重量%
		7.2重量%
		3.6重量%
		7.2重量%
		3.3重量%
		3.3重量%
		6.4重量%
		2重量%
		4重量%
		6重量%
		5重量%
		2重量%

組成例 4 9

	(No. 175)	3重量%
	(No. 220)	3重量%
	(No. 355)	2重量%
		9重量%
		4重量%
		9重量%
		4重量%
		4重量%
		13重量%
		13重量%
		9重量%
		11重量%
		6重量%
		10重量%

組成例 50

	(No. 440)	10重量%
		4重量%
		10.2重量%
		10.2重量%
		10.2重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%
		3重量%

以下、実施例により本発明をより詳細に説明する。

なお、各実施例中において、Crは結晶を、S_AはスメクチックA相を、S_BはスメクチックB相を、S_CはスメクチックC相を、S_xは相構造未解析のスメクチック相を、Nはネマチック相を、Isoは等方性液体を示し、相転移温度の単位は

5 全て℃である。

実施例 1

3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=4-ペンチルベンゾアート (式 (1) において、RがC₅H₁₁、mおよびnが共に0、A₁が1, 4-フェニレン基、Z₁が-COO-, XがCF₃、YがFである化合物 (No. 1))

10 の製造

4-ペンチル安息香酸1.2 g (6.1 mmol) を塩化チオニル1.1 g (9.1 mmol)、ピリジン0.1 mlおよびトルエン3 mlと混合し、80℃で2時間反応させた。減圧下に過剰の塩化チオニルとトルエンを留去して粗製の4-ペンチルベンゾイルクロリドを得た。

15 次いで、3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェノール1.2 g (6.1 mmol) とピリジン0.7 mlおよびトルエン2 mlを混合した。この混合物に4-ペンチルベンゾイルクロリドのトルエン3 ml溶液を室温、10分間で滴下した。滴下終了後、50℃で2時間反応させた。反応終了後、反応物に水10 mlを加え、次いでトルエン30 mlで抽出した。得られた有機層を6 N

20 -HClで3回、2 N-NaOHで3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=4-ペンチルベンゾアート2.1 gを得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題化合物1.5 g (収率65.2

25 %)を得た。

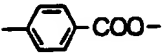
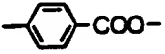
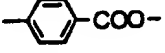
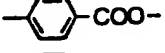
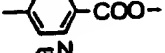
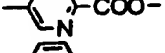

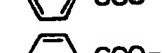
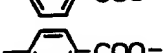
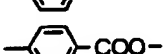
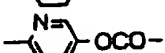
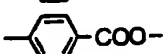
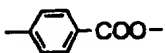
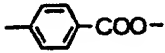
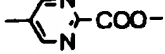
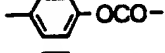
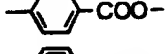
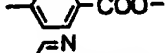
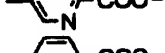

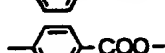
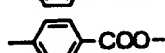


また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 373 (M+1)

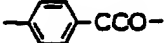
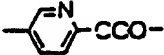
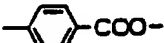
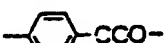




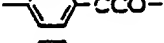
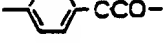
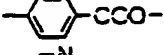
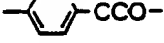
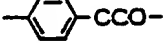
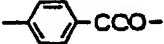
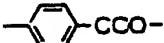
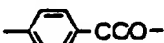
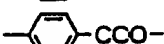
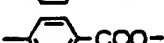




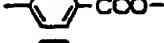
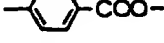
実施例1の方法に準じて次の化合物 (No. 2~No. 65) を製造する。

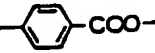
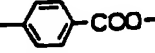
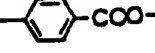
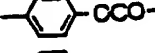
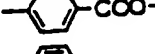
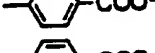
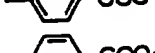
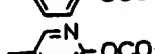
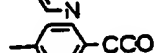
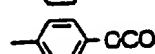
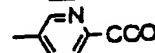
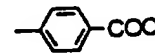
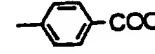
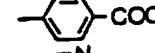
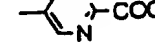

なお、各化合物は、一般式 (1) で示される化合物において、パラメーターで

あるR、 $A = -(A_3-Z_3)_n-(A_2-Z_2)_m-A_1-Z_1-$ 、XおよびYを抽出することにより表示したが、これは以下の各実施例中においても同様である。

No.	R	Y	A	X
2	C ₂ H ₅	H		CF ₃
3	C ₂ H ₅	F		CF ₃
4	C ₃ H ₇	H		CF ₃
5	C ₃ H ₇	F		CF ₃
6	C ₅ H ₁₁	H		CF ₃
7	C ₉ H ₁₉	F		CF ₃
8	3E-C ₅ H ₉	F		CF ₃
9	C ₂ H ₅ O	F		CF ₃
10	C ₃ H ₇ O	H		CF ₃
11	C ₄ H ₉ O	F		CF ₃
12	C ₅ H ₁₁ O	F		CF ₃
13	Z-C ₂ H ₄ =C ₅ H ₉ O	F		CF ₃
14	CH ₃	F		CF ₂ H
15	C ₂ H ₅	F		CF ₂ H
16	CH ₂ =C ₂ H ₃	F		CF ₂ H
17	C ₄ H ₉	H		CF ₂ H
18	3E-C ₅ H ₉	H		CF ₂ H
19	C ₆ H ₁₃	F		CF ₂ H
20	C ₁₀ H ₂₁	F		CF ₂ H
21	CH ₃ O	F		CF ₂ H
22	C ₂ H ₅ O	H		CF ₂ H
23	C ₃ H ₇ O	F		CF ₂ H
24	E-C ₂ H ₄ =C ₂ H ₃ O	F		CF ₂ H
25	C ₅ H ₁₁ O	H		CF ₂ H

Cr 63.7-64.3 Iso

No.	R	Y	A	X
26	C ₇ H ₁₅ O	F		CF ₂ H
27	CH ₃	F		CFH ₂
28	C ₂ H ₅	F		CFH ₂
29	C ₃ H ₇	F		CFH ₂
30	C ₄ H ₉	F		CFH ₂
31	2Z-C ₅ H ₉	F		CFH ₂
32	C ₆ H ₁₃	H		CFH ₂
33	C ₁₀ H ₂₁	H		CFH ₂
34	CH ₃ O	F		CFH ₂
35	C ₂ H ₅ O	F		CFH ₂
36	C ₃ H ₇ O	H		CFH ₂
37	C ₄ H ₉ O	F		CFH ₂
38	C ₈ H ₁₇ O	F		CFH ₂
39	CH ₃	F		CFH ₂
40	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
41	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
42	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
43	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
44	CH ₂ =C ₃ H ₅	F		OCF ₃
45	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃
46	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
47	CH ₃ O	H		OCF ₃
48	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₃
49	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
50	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₃
51	C ₅ H ₁₁ O	F		OCF ₃
52	C ₇ H ₁₅ O	H		OCF ₃
53	CH ₃	F		OCF ₂ H
54	C ₂ H ₅	H		OCF ₂ H
55	C ₃ H ₇	H		OCF ₂ H
56	C ₄ H ₉	F		OCF ₂ H
57	CH ₂ =C ₄ H ₇	H		OCF ₂ H
58	C ₆ H ₁₂	F		OCF ₂ H
59	C ₉ H ₁₉	F		OCF ₂ H
60	CH ₃ O	H		OCF ₂ H
61	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
62	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₂ H
63	C ₄ H ₉ O	H		OCF ₂ H
64	C ₅ H ₁₁ O	F		OCF ₂ H
65	C ₁₀ H ₂₁ O	H		OCF ₂ H

実施例 2

3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=2-フルオロ-4-
プロピルベンゾアート (式 (1) において、RがC₃H₇、mおよびnが共に0、
A₁が2-フルオロ-1, 4-フェニレン基、Z₁が-COO-、XがCF₃、Y
5 がFである化合物 (No. 66)) の製造

2-フルオロ-4-プロピル安息香酸1.1g (6.1mmol) を塩化チオニ
ル1.1g (9.1mmol) 、ピリジン0.1mlおよびトルエン3mlと混合
し、80℃で2時間反応させた。減圧下に過剰の塩化チオニルとトルエンを留去
して粗製の2-フルオロ-4-プロピルベンゾイルクロリドを得た。

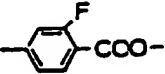
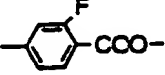
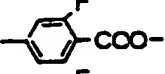
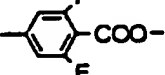
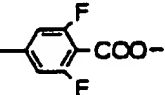
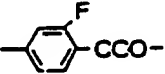
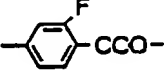
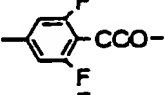
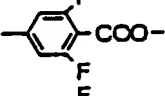
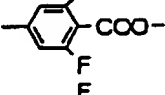
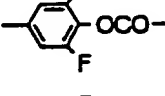
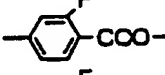
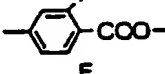
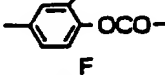
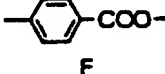
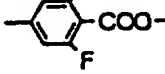
10 次いで、3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェノール1.2g
(6.1mmol) とピリジン0.7mlおよびトルエン2mlを混合した。この
混合物に2-フルオロ-4-プロピルベンゾイルクロリドのトルエン3ml溶液
を室温、10分間で滴下した。滴下終了後、50℃で2時間反応させた。反応終
了後、反応物に水10mlを加え、次いでトルエン30mlで抽出した。得られ
15 た有機層を6N-HClで3回、2N-NaOHで3回、水で3回洗浄した後、
無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカ
ラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の3, 5-ジフルオ
ロ-4-トリフルオロメチルフェニル=2-フルオロ-4-プロピルベンゾア
ート2.0gを得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題
20 化合物1.1g (収率50.2%) を得た。

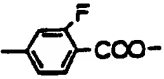
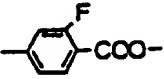
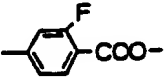
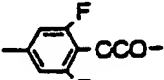
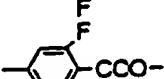
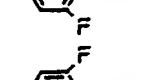
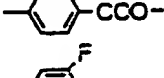
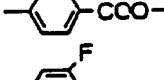
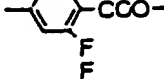
また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 363 (M+1)

実施例2の方法に準じて次の化合物 (No. 67~No. 107) を製造する。

No.	R	Y	A	X
67	C ₂ H ₅	H		CF ₃
68	CH ₂ =C ₃ H ₅	F		CF ₃
69	C ₉ H ₁₉	F		CF ₃
70	CH ₃	F		CF ₃
71	C ₃ H ₇	H		CF ₃
72	CH ₃ O	H		CF ₃
73	C ₃ H ₇ O	H		CF ₃
74	C ₄ H ₉ O	F		CF ₃
75	C ₈ H ₁₇ O	H		CF ₃
76	CH ₃	H		CF ₂ H
77	C ₂ H ₅	F		CF ₂ H
78	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
79	C ₅ H ₁₁	H		CF ₂ H
80	C ₄ H ₉ O	F		CF ₂ H
81	C ₁₀ H ₂₁ O	H		CF ₂ H
82	C ₂ H ₅ O	F		CF ₂ H

No.	R	Y	A	X
83	CH ₃	F		CFH ₂
84	C ₃ H ₇	F		CFH ₂
85	C ₆ H ₁₃	H		CFH ₂
86	C ₂ H ₅	H		CFH ₂
87	C ₇ H ₁₅	F		CFH ₂
88	C ₂ H ₅ O	H		CFH ₂
89	C ₃ H ₇ O	F		CFH ₂
90	C ₃ H ₇ O	F		CFH ₂
91	C ₅ H ₁₁ O	H		CFH ₂
92	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
93	2Z-C ₆ H ₁₁	F		OCF ₃
94	C ₄ H ₉	F		OCF ₃
95	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃
96	CH ₃ O	F		OCF ₃
97	C ₄ H ₉ O	H		OCF ₃
98	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
99	C ₂ H ₅	H		OCF ₂ H
100	C ₄ H ₉	F		OCF ₂ H
101	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₂ H
102	C ₃ H ₇	F		OCF ₂ H
103	CH ₂ =C ₈ H ₁₅	H		OCF ₂ H
104	CH ₃ O	F		OCF ₂ H
105	C ₄ H ₉ O	H		OCF ₂ H
106	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
107	C ₇ H ₁₅ O	H		OCF ₂ H

実施例 3

3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル=トランス-4-エチルシクロヘキシルカルボキシラート (式 (1) において、RがC₂H₅、mおよびnが共に0、A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が-COO-、XがOCF₃、YがHである化合物 (No. 108)) の製造

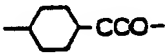
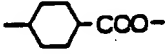
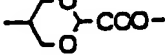
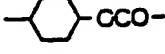
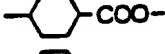
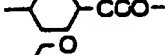
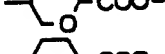
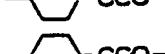
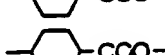
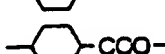
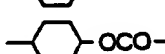
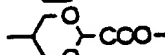
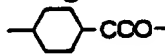
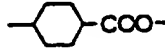
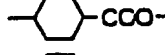
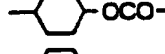
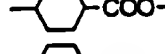
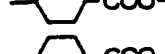
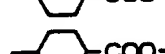
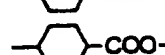
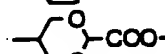
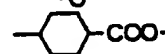


トランス-4-エチルシクロヘキサンカルボン酸1.0 g (6.1 mmol) を塩化チオニル1.1 g (9.2 mmol)、ピリジン0.1 mlおよびトルエン3 mlと混合し、60℃で4時間反応させた。減圧下に過剰の塩化チオニルとトルエンを留去して粗製のトランス-4-エチルシクロヘキシルカルボニルクロリドを得た。

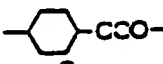
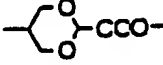
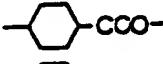
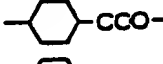
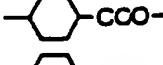
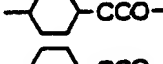
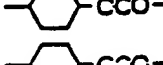
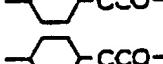
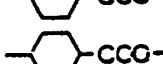
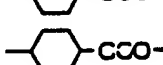
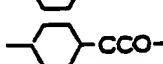
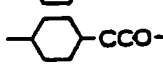
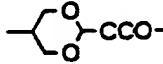
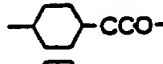
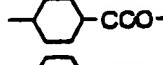
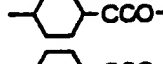
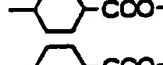
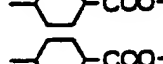
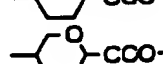
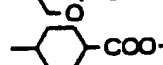
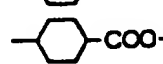
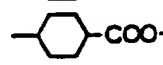


次いで、3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェノール1.2 g (6.1 mmol) とピリジン0.7 mlおよびトルエン2 mlを混合した。この混合物にトランス-4-エチルシクロヘキシルカルボニルクロリドのトルエン3 ml溶液を室温、5分間で滴下した。滴下終了後、50℃で2時間反応させた。反応終了後、反応物に水10 mlを加え、次いでトルエン30 mlで抽出した。得られた有機層を6N-HClで3回、2N-NaOHで3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル=トランス-4-エチルシクロヘキシルカルボキシラート2.0 gを得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題化合物1.6 g (収率78.0%) を得た。

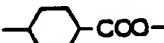
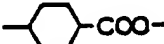
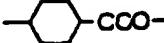
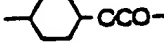
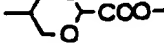
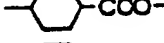
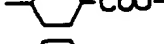



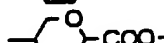
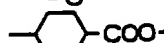
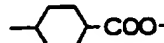

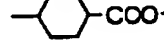

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 335 (M+1)

実施例3の方法に準じて次の化合物 (No. 109~No. 172) を製造する。

No.	R	Y	A	X
109	CH ₂ =CH	F		CF ₃
110	C ₂ H ₅	H		CF ₃
111	C ₃ H ₇	F		CF ₃
112	C ₄ H ₉	F		CF ₃
113	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
114	C ₆ H ₁₃	F		CF ₃
115	CH ₃ O	H		CF ₃
116	C ₂ H ₅ O	F		CF ₃
117	C ₃ H ₇ O	H		CF ₃
118	C ₄ H ₉ O	F		CF ₃
119	C ₅ H ₁₁ O	F		CF ₃
120	C ₆ H ₁₃ O	F		CF ₃
121	CH ₃	F		CF ₂ H
122	C ₂ H ₅	F		CF ₂ H
123	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
124	C ₄ H ₉	H		CF ₂ H
125	3E-C ₅ H ₉	H		CF ₂ H
126	C ₆ H ₁₃	F		CF ₂ H
127	C ₁₀ H ₂₁	F		CF ₂ H
128	CH ₃ O	F		CF ₂ H
129	C ₂ H ₅ O	H		CF ₂ H
130	C ₃ H ₇ O	F		CF ₂ H
131	C ₄ H ₉ O	F		CF ₂ H
132	C ₅ H ₁₁ O	H		CF ₂ H

No.	R	Y	A	X
133	C ₇ H ₁₅ O	F		CF ₂ H
134	CH ₃	F		CFH ₂
135	C ₂ H ₅	F		CFH ₂
136	C ₃ H ₇	F		CFH ₂
137	C ₄ H ₉	F		CFH ₂
138	C ₅ H ₁₁	F		CFH ₂
139	C ₆ H ₁₃	H		CFH ₂
140	C ₁₀ H ₂₁	H		CFH ₂
141	CH ₃ O	F		CFH ₂
142	C ₂ H ₅ O	F		CFH ₂
143	C ₃ H ₇ O	H		CFH ₂
144	C ₄ H ₉ O	F		CFH ₂
145	C ₅ H ₁₁ O	F		CFH ₂
146	C ₈ H ₁₇ O	F		CFH ₂
147	CH ₃	F		OCF ₃
148	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
149	C ₄ H ₉	F		OCF ₃
150	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃
151	CH ₂ =C ₂ H ₃ OCH ₂	F		OCF ₃
152	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
153	C ₇ H ₁₅	F		OCF ₃
154	CH ₃ O	H		OCF ₃
155	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₃
156	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
157	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₃
158	C ₅ H ₁₁ O	F		OCF ₃
159	C ₇ H ₁₅ O	H		OCF ₃
160	CH ₃	F		OCF ₂ H
161	C ₂ H ₅	H		OCF ₂ H
162	C ₃ H ₇	H		OCF ₂ H
163	C ₄ H ₉	F		OCF ₂ H
164	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₂ H
165	C ₆ H ₁₂	F		OCF ₂ H
166	C ₉ H ₁₉	F		OCF ₂ H
167	CH ₃ O	H		OCF ₂ H
168	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
169	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₂ H
170	Z-CH ₃ OCH=C ₂ H ₃	H		OCF ₂ H
171	C ₅ H ₁₁ O	F		OCF ₂ H
172	C ₁₀ H ₂₁ O	H		OCF ₂ H

実施例 4

3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル=4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)ベンゾアート(式(1)において、RがC₃H₇、mが1、nが0、A₁が1,4-フェニレン基、A₂がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、Z₁が-COO-、Z₂が共有結合、XがOCF₃、YがHである化合物(No.173))の製造

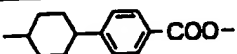
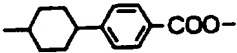
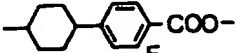
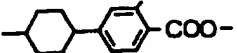
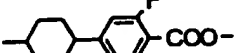

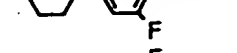
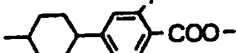

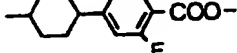


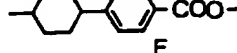
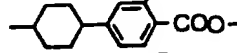
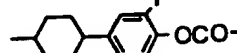


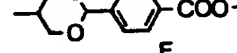
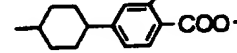
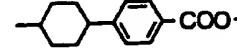
4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)安息香酸1.6g(6.5mmol)を塩化チオニル1.2g(9.7mmol)、ピリジン0.1mlおよびトルエン4mlと混合し、60℃で4時間反応させた。減圧下に過剰の塩化チオニルとトルエンを留去して粗製の4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)ベンゾイルクロリドを得た。

次いで、3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェノール1.3g(6.5mmol)とピリジン0.8mlおよびトルエン3mlを混合した。この混合物に4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)ベンゾイルクロリドのトルエン3ml溶液を室温、5分間で滴下した。滴下終了後、50℃で3時間反応させた。反応終了後、反応物に水15mlを加え、次いでトルエン40mlで抽出した。得られた有機層を6N-HClで3回、2N-NaOHで3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶出液:トルエン)に付し、粗製の3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル=4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)ベンゾアート2.6gを得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題化合物2.4g(収率85.6%)を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 425 (M+1)

実施例4の方法に準じて次の化合物(No.174~No.212)を製造する。

No.	R	Y	A	X
174	C ₂ H ₅	F		CF ₃
175	C ₃ H ₇	F		CF ₃ Cr 114.6-115.0 Iso
176	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
177	C ₃ H ₇	F		CF ₃
178	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
179	C ₂ H ₅	F		CF ₃
180	C ₃ H ₇	H		CF ₃
181	C ₃ H ₇	F		CF ₃
182	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
183	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
184	C ₂ H ₅ O	H		CF ₂ H
185	C ₄ H ₉	F		CF ₂ H
186	C ₁₀ H ₂₁ O	F		CFH ₂
187	C ₅ H ₁₁	F		CFH ₂
188	C ₃ H ₇	H		CFH ₂
189	C ₂ H ₅	H		OCF ₃ Cr 85.7-87.2 N 116.5 Iso
190	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃
191	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
192	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
193	C ₃ H ₇	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
194	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
195	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
196	C ₃ H ₁₁	H		OCF ₃
197	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₃
198	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
199	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
200	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
201	C ₃ H ₇	H		OCF ₂ H
202	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₂ H
203	CH ₃ O	F		OCF ₂ H
204	C ₆ H ₁₃ O	H		OCF ₂ H
205	C ₂ H ₅	F		CN Cr 56.9-57.4 N 121.3 Iso
206	C ₃ H ₇	F		CN
207	C ₃ H ₁₁	F		CN
208	C ₈ H ₁₇	F		CN
209	CH ₂ =C ₃ H ₅	F		CN
210	C ₂ H ₅ O	F		CN
211	C ₄ H ₉ O	F		CN
212	C ₁₀ H ₂₁ O	F		CN

実施例 5

3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル=トランス-4-
(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) シクロヘキシルカルボキシラート
(式(1)において、RがC₃H₇、mが1、nが0、A₁およびA₂が共にトラン
5 ス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が-COO-、Z₂が共有結合、XがOC
F₃、YがFである化合物(No. 213))の製造

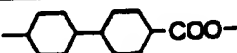
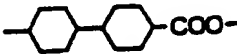
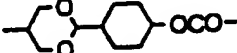
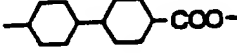
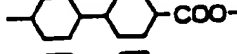
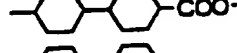
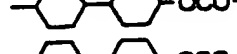
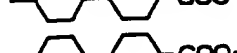
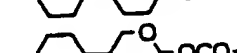
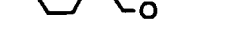
トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキサンカ
ルボン酸1.5g(6.1mmol)、3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメ
トキシフェノール1.3g(6.1mmol)、DMAP 0.2g(1.8mmol)
10 およびジクロロメタン15mlを混合した。この混合物にDCC 1.5g(7.3
mmol)のジクロロメタン5ml溶液を室温、5分間で滴下し、そのまま12
時間攪拌し反応させた。析出した結晶を濾過し、濾液にトルエン20mlを加え
て、2N-NaOHで5回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾
燥した。減圧下溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶
15 出液:トルエン)に付し、粗製の3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキ
シフェニル=トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロ
ヘキシルカルボキシラート2.7gを得た。このものをヘプタン/エーテル混合
溶媒から再結晶し、標題化合物1.6g(収率58.8%)を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

20 質量分析: 449 (M+1)

実施例5の方法に準じて次の化合物(No. 214~No. 248)を製造する。

No.	R	Y	A	X
214	C ₂ H ₅	H		CF ₃
215	C ₃ H ₇	H		CF ₃
216	C ₅ H ₁₁	H		CF ₃ Cr 81.9-82.3 N 135.4-135.5 Iso
217	CH ₃ O	F		CF ₃
218	C ₂ H ₅	F		CF ₃
219	C ₄ H ₉	F		CF ₃
220	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃ Cr 88.4-88.9 N 121.0 Iso
221	C ₈ H ₁₇	F		CF ₃
222	1E-C ₄ H ₇	H		CF ₂ H
223	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
224	C ₆ H ₁₃	F		CF ₂ H
225	C ₂ H ₅	H		CF ₂ H
226	C ₆ H ₁₃ O	F		CF ₂ H
227	C ₃ H ₇ O	H		CF ₂ H
228	CH ₃	F		CFH ₂
229	C ₅ H ₁₁	H		CFH ₂
230	C ₇ H ₁₅	F		CFH ₂
231	CH ₃ O	F		CFH ₂
232	C ₅ H ₁₁ O	H		CFH ₂
233	C ₉ H ₁₉ O	F		CFH ₂
234	C ₅ H ₁₁ O	H		CFH ₂
235	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
236	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
237	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃ Cr 54.7-55.2 N 160.1 Iso
238	C ₃ H ₇	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
239	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₃
240	CH ₂ =C ₃ H ₅ O	H		OCF ₃
241	C ₇ H ₁₅ O	F		OCF ₃
242	CH ₃	F		OCF ₂ H
243	C ₂ H ₅	H		OCF ₂ H
244	C ₈ H ₁₇	F		OCF ₂ H
245	C ₂ H ₅ O	H		OCF ₂ H
246	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₂ H
247	C ₅ H ₁₁ O	H		OCF ₂ H
248	C ₈ H ₁₇	F		OCF ₂ H

実施例 6

3, 5-ジフルオロ-4-シアノフェニル=2-フルオロ-4-(2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)エチル)ベンゾアート (式 (1) において、
RがC₅H₁₁、mが1、nが0、A₁が2-フルオロ-1, 4-フェニレン基、A₂がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が-COO-、Z₂が-(CH₂)₂-、XがCN、YがFである化合物 (No. 249)) の製造

2-フルオロ-4-(2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)エチル)安息香酸 2.1 g (6.4 mmol) を塩化チオニル 1.1 g (9.6 mmol)、ピリジン 0.1 ml およびトルエン 3 ml と混合し、80℃で3時間反応させた。減圧下に過剰の塩化チオニルとトルエンを留去して粗製の2-フルオロ-4-(2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)エチル)ベンゾイルクロリドを得た。

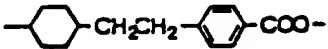
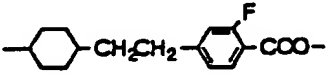
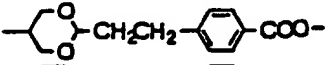
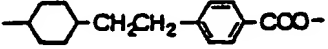
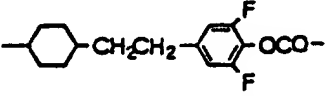
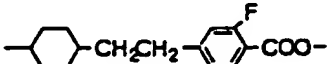
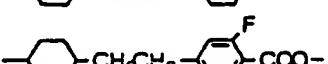
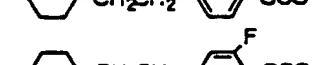
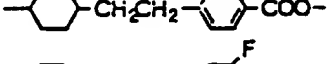
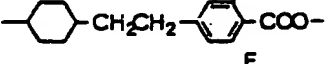
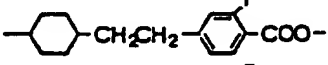
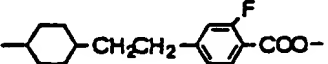
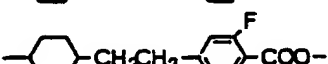
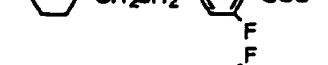
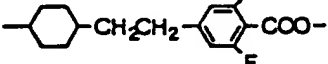
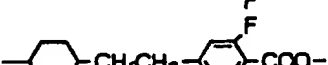
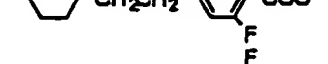
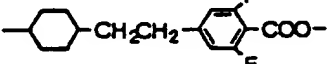
次いで、2, 6-ジフルオロ-4-ヒドロキシベンゾニトリル 1.1 g (6.4 mmol) とピリジン 0.8 ml およびトルエン 2 ml を混合した。この混合物に2-フルオロ-4-(2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)エチル)ベンゾイルクロリドのトルエン 3 ml 溶液を室温、5分間で滴下した。滴下終了後、50℃で2時間反応させた。反応終了後、反応物に水 10 ml を加え、次いでトルエン 30 ml で抽出した。得られた有機層を6N-HClで3回、2N-NaOHで3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の3, 5-ジフルオロ-4-シアノフェニル=2-フルオロ-4-(2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)エチル)ベンゾアート 2.8 g を得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 2.4 g (収率 81.6%) を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 458 (M+1)

実施例 6 の方法に準じて次の化合物 (No. 250~No. 307) を製造する。

N .	R	Y	A	X
250	C ₂ H ₅	F		CF ₃
251	C ₃ H ₇	F		CF ₃
252	C ₂ H ₅ O	F		CF ₃
253	C ₃ H ₁₁ O	F		CF ₃
254	C ₈ H ₁₇	H		CF ₃
255	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
256	C ₄ H ₉	F		CF ₂ H
257	C ₁₀ H ₂₁ O	F		CF ₂ H
258	C ₃ H ₁₁	F		CF ₂ H
259	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
260	CH ₃	F		CFH ₂
261	C ₆ H ₁₃	F		CFH ₂
262	C ₃ H ₇ O	F		CFH ₂
263	C ₄ H ₉ O	F		CFH ₂
264	CH ₂ =CH	F		CFH ₂
265	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
266	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₃
267	C ₄ H ₉	H		OCF ₃
268	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
269	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₃
270	C ₇ H ₁₅ O	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
271	C ₂ H ₅	F		OCF ₂ H
272	C ₃ H ₇	H		OCF ₂ H
273	CH ₃	F		OCF ₂ H
274	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
275	C ₃ H ₁₁ O	F		OCF ₂ H
276	C ₂ H ₅	F		CN
277	C ₃ H ₇	F		CN Cr 41.0-41.7 N 125.8 Iso
278	C ₄ H ₉	F		CN
279	3E-C ₄ H ₇	F		CN
280	C ₃ H ₇ O	F		CN
281	C ₃ H ₁₁ O	F		CN
282	CH ₃	F		CN
283	C ₄ H ₇	F		CN
284	CH ₃ O	F		CN
285	C ₄ H ₉	F		CN
286	C ₃ H ₇	F		CF ₃
287	C ₃ H ₁₁ O	F		CF ₃
288	C ₄ H ₉	H		CF ₃

No.	R	Y	A	X
289	C ₇ H ₁₅ O	F		CF ₃
290	C ₃ H ₇	F		CF ₃
291	C ₈ H ₁₇ O	H		CF ₃
292	C ₃ H ₁₁	F		CF ₂ H
293	C ₃ H ₇ O	F		CF ₂ H
294	C ₇ H ₁₅ O	H		CF ₂ H
295	C ₇ H ₁₅ O	H		CF ₂ H
296	C ₄ H ₉	F		CFH ₂
297	CH ₃ O	F		CFH ₂
298	CH ₃	H		CFH ₂
299	C ₇ H ₁₅ O	F		CFH ₂
300	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
301	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₃
302	C ₃ H ₁₁	H		OCF ₃
303	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
304	C ₃ H ₇	F		OCF ₂ H
305	C ₈ H ₁₇ O	F		OCF ₂ H
306	C ₁₀ H ₂₁	H		OCF ₂ H
307	C ₃ H ₇	H		OCF ₂ H

実施例 7

3'-フルオロ-4'-ジフルオロメトキシビフェニル-4-イル=トランス-4-メチルシクロヘキシルカルボキシラート (式 (1) において、RがCH₃、mが1、nが0、A₁が1, 4-フェニレン基、A₂がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が共有結合、Z₂が-COO-, XがOCF₃H、YがHである化合物 (No. 308)) の製造

トランス-4-メチルシクロヘキサノカルボン酸 0.9 g (6.7 mmol)、3'-フルオロ-4'-ジフルオロメトキシ-4-ヒドロキシビフェニル 1.7 g (6.7 mmol)、DMAP 0.2 g (2.0 mmol) およびジクロロメタン 15 ml を混合した。この混合物に DCC 1.7 g (8.0 mmol) のジクロロメタン 5 ml 溶液を室温、5 分間で滴下し、そのまま 12 時間攪拌し反応させた。析出した結晶を濾過し、濾液にトルエン 15 ml を加えて、2 N-NaOH で 5 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の 3'-フルオロ-4'-ジフルオロメトキシビフェニル-4-イル=トランス-4-メチルシクロヘキシルカルボキシラート 2.5 g を得た。このものをヘプタン/エーテル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 2.1 g (収率 83.0%) を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 379 (M+1)

実施例 7 の方法に準じて次の化合物 (No. 309~No. 348) を製造する。

No.	R	Y	A	X
309	C ₂ H ₅	F		CF ₃
310	C ₃ H ₇	F		CF ₃
311	C ₃ H ₁₁	F		CF ₃
312	C ₃ H ₇ O	H		CF ₃
313	C ₃ H ₁₁	F		CF ₃
314	CH ₃	F		CF ₂ H
315	C ₇ H ₁₅ O	H		CF ₂ H
316	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
317	C ₈ H ₁₇	H		CF ₂ H
318	C ₄ H ₉ O	F		CF ₂ H
319	C ₂ H ₅	F		CFH ₂
320	C ₃ H ₇ O	H		CFH ₂
321	C ₃ H ₁₁	F		CFH ₂
322	C ₃ H ₇	H		CFH ₂
323	CH ₃ O	F		CFH ₂
324	C ₄ H ₉ O	H		OCF ₃
325	C ₄ H ₉	F		OCF ₃
326	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
327	C ₁₀ H ₂₁	H		OCF ₃
328	C ₄ H ₉	H		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
329	C ₃ H ₇	F		OCF ₂ H
330	CH ₃ O	H		OCF ₂ H
331	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
332	C ₄ H ₉	H		OCF ₂ H
333	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₂ H
334	C ₂ H ₅	F		CF ₃
335	C ₃ H ₇	H		CF ₃
336	C ₃ H ₁₁	F		CF ₃
337	CH ₃ O	H		CF ₂ H
338	E-C ₂ H ₄ =C ₂ H ₃ O	F		CF ₂ H
339	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
340	C ₈ H ₁₇	H		CFH ₂
341	CH ₃	F		CFH ₂
342	C ₁₀ H ₂₁ O	H		CFH ₂
343	C ₂ H ₅	H		OCF ₃
344	C ₂ H ₅	F		OCF ₃
345	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
346	CH ₃ O	H		OCF ₂ H
347	C ₆ H ₁₃	F		OCF ₂ H
348	C ₂ H ₅	H		OCF ₂ H

実施例 8

3, 5-ジフルオロ-4-フルオロメチルフェニル=4-(トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ベンゾアート (式 (1) において、Rが C_2H_5 、mおよびnが共に1、 A_1 が1, 4-フェニレン基、 A_2 および A_3 が共にトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、 Z_1 が-COO-, Z_2 および Z_3 が共に共有結合、Xが CFH_2 、YがFである化合物 (No. 349)) の製造

4-(トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)シクロヘキシル)安息香酸1.5 g (4.8 mmol)、3, 5-ジフルオロ-4-フルオロメチルフェノール0.8 g (4.8 mmol)、DMAP 0.2 g (1.4 mmol) およびジクロロメタン25 mlを混合した。この混合物にDCC 1.2 g (5.7 mmol) のジクロロメタン5 ml溶液を室温、5分間で滴下し、そのまま12時間攪拌し反応させた。析出した結晶を濾過し、濾液にトルエン30 mlを加えて、2N-NaOHで5回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付し、粗製の3, 5-ジフルオロ-4-フルオロメチルフェニル=4-(トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ベンゾアート2.1 gを得た。このものをヘプタン/酢酸エチル混合溶媒から再結晶し、標題化合物1.9 g (収率86.3%)を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 459 ($M+1$)

実施例8の方法に準じて次の化合物 (No. 350~No. 376) を製造する。

No.	R	Y	A	X
350	C ₃ H ₇	H		CF ₃
351	C ₃ H ₇	F		CF ₃
352	C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
353	3E-C ₄ H ₇	F		CF ₃
354	C ₃ H ₇	H		CF ₃
355	C ₃ H ₇	F		CF ₃ Cr 125.9-126.7 N 221.5-221.7 Iso
356	C ₂ H ₅	F		CF ₂ H
357	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
358	C ₆ H ₁₃ O	H		CF ₂ H
359	CH ₃	F		CF ₂ H
360	C ₂ H ₅	F		CFH ₂
361	C ₁₀ H ₂₁ O	F		CFH ₂
362	C ₅ H ₁₁	H		CFH ₂
363	C ₃ H ₇ O	H		CFH ₂
364	C ₇ H ₁₅	F		CFH ₂
365	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
366	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
367	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
368	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
369	C ₅ H ₁₁	H		OCF ₃
370	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₃

No.	R	Y	A	X
371	C ₃ H ₁₁	H		OCF ₂ H
372	C ₃ H ₇	F		OCF ₂ H
373	CH ₃ O	F		OCF ₂ H
374	C ₂ H ₅	F		OCF ₂ H
375	C ₆ H ₁₃ O	H		OCF ₂ H
376	C ₉ H ₁₉	H		OCF ₂ H

実施例 9

(4-プロピルフェニル)メチル=3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=エーテル (式 (1) において、RがC₃H₇、mおよびnが共にに0、A₁が1, 4-フェニレン基、Z₁が-CH₂O-, XがCF₃、YがFである化合物 (No. 377)) の製造

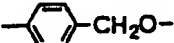
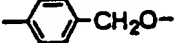
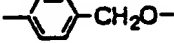
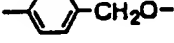
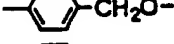

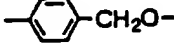
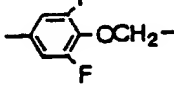
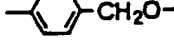
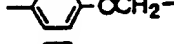
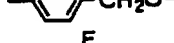
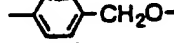
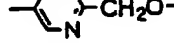
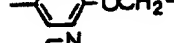
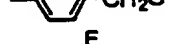
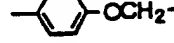
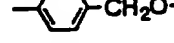
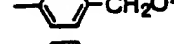

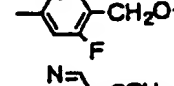


NaH 0.22 g (9.1 mmol) とテトラヒドロフラン (THF) 4 ml の混合物に 3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェノール 1.8 g (9.1 mmol) の THF 18 ml 溶液を室温、20 分間で滴下した後、室温で1時間反応させた。

次いで、該混合物に触媒量のヨウ化カリウムを添加した後、4-プロピルベンジルブロミド 2.1 g (10.0 mmol) の THF 5 ml 溶液を室温、5 分間で滴下した。滴下終了後、60℃で3時間反応させた。反応終了後、反応物に水 5 ml を加え、次いで酢酸エチル 20 ml で抽出した。得られた有機層を 2 N-HCl で3回、2 N-NaHCO₃ で3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/酢酸エチル) に付し、粗製の (4-プロピルフェニル)メチル=3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=エーテル 2.7 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 1.7 g (収率 56.7%) を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 331 (M+1)

実施例 9 の方法に準じて次の化合物 (No. 378~No. 399) を製造する。

No.	R	Y	A	X
378	CH ₃	F		CF ₃
379	C ₃ H ₁₁	F		CF ₃
380	C ₈ H ₁₇	H		CF ₃
381	C ₂ H ₅ O	F		CF ₃
382	C ₃ H ₁₁ O	H		CF ₃
383	3E-C ₃ H ₉	F		CF ₃
384	C ₃ H ₁₁ O	H		CF ₃
385	C ₃ H ₇	H		CF ₃
386	C ₂ H ₅	F		CF ₂ H
387	C ₄ H ₉	F		CF ₂ H
388	C ₁₀ H ₂₁ O	F		CF ₂ H
389	CH ₃ O	F		CF ₂ H
390	C ₆ H ₁₃ O	F		CFH ₂
391	CH ₃	F		CFH ₂
392	C ₃ H ₇ O	H		CFH ₂
393	C ₃ H ₇	H		CFH ₂
394	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
395	C ₄ H ₉ O	F		OCF ₃
396	C ₂ H ₅ O	H		OCF ₃
397	C ₃ H ₇ O	F		OCF ₃
398	C ₉ H ₁₉	F		OCF ₂ H
399	CH ₃ O	F		OCF ₂ H

実施例 10

(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル) メチル=3-フルオロ-4-トリ
フルオロメトキシフェニル=エーテル (式 (1) において、RがC₅H₁₁、mお
よびnが共に0、A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が-CH₂
O-, XがOCF₃、YがHである化合物 (No. 400)) の製造

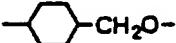
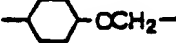
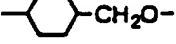






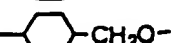
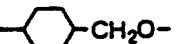
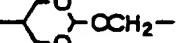

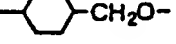





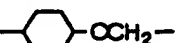
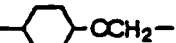


NaH 0.17 g (7.1 mmol) とジメチルホルムアミド (DMF) 3 ml
の混合物に 3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェノール 1.4 g (7.
1 mmol) の DMF 14 ml 溶液を室温、25 分間で滴下した後、室温で1時
間反応させた。

次いで、該混合物に触媒量のヨウ化カリウムを添加した後、トランス-4-ペ
ンチル-ブロモメチルシクロヘキサン 1.9 g (7.9 mmol) の DMF 5 ml
溶液を室温、5 分間で滴下した。滴下終了後、80℃で5時間反応させた。反応
終了後、反応物に水 10 ml を加え、次いで酢酸エチル 30 ml で抽出した。得
られた有機層を 2N-HCl で3回、2N-NaHCO₃ で3回、水で3回洗浄
した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残査をシ
リカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/酢酸エチル) に付し、
粗製の (トランス-4-ペンチルシクロヘキシル) メチル=3-フルオロ-4-
トリフルオロメトキシフェニル=エーテル 2.4 g を得た。このものをエタノー
ル/酢酸エチル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 1.8 g (収率 69.2%) を
得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 363 (M+1)

実施例 10 の方法に準じて次の化合物 (No. 401~No. 423) を製造す
る。

No.	R	Y	A	X
401	C ₂ H ₅	F		CF ₃
402	C ₃ H ₁₁	H		CF ₃
403	C ₃ H ₇ O	F		CF ₃
404	C ₄ H ₉ O	H		CF ₃
405	3E-C ₃ H ₉	H		CF ₃
406	CH ₂ =CH	F		CF ₃
407	C ₃ H ₇	H		CF ₂ H
408	C ₅ H ₁₁ O	F		CF ₂ H
409	C ₈ H ₁₇ O	H		CF ₂ H
410	CH ₂ =C ₃ H ₅ O	H		CF ₂ H
411	CH ₃	F		CFH ₂
412	C ₈ H ₁₇	H		CFH ₂
413	C ₂ H ₅ O	F		CFH ₂
414	2Z-C ₄ H ₇	F		CFH ₂
415	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
416	C ₄ H ₉	H		OCF ₃
417	CH ₃ O	H		OCF ₃
418	1E-C ₄ H ₇	H		OCF ₃
419	CH ₂ =CH	F		OCF ₃
420	C ₃ H ₁₁	H		OCF ₂ H
421	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
422	C ₇ H ₁₅ O	H		OCF ₂ H
423	CH ₂ =C ₂ H ₃ OCH ₂	H		OCF ₂ H

実施例 11

(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)
メチル=3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルフェニル=エーテル(式
(1)において、RがC₃H₇、mが1、nが0、A₁およびA₂が共にトランス-
1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が-CH₂O-, Z₂が共有結合、XがCF₃、
5 YがFである化合物(No. 424))の製造

NaH 0.17 g (7.1 mmol) と DMF 3 ml の混合物に 3, 5-ジフル
オロ-4-トリフルオロメチルフェノール 1.4 g (7.1 mmol) の DMF 1
4 ml 溶液を室温、20分間で滴下した後、室温で1時間反応させた。

10 次いで、該混合物に触媒量のヨウ化カリウムを添加した後、トランス、トラン
ス-4'-プロピル-4-プロモメチルビシクロヘキサン 2.3 g (7.8 mmol)
の DMF 5 ml 溶液を室温、5分間で滴下した。滴下終了後、80℃で5時
間反応させた。反応終了後、反応物に水 10 ml を加え、次いで酢酸エチル 30
ml で抽出した。得られた有機層を 2N-HCl で3回、2N-NaHCO₃で
15 3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を
留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶出液:ヘプタン/酢酸
エチル)に付し、粗製の(トランス-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキ
シル)シクロヘキシル)メチル=3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメチル
フェニル=エーテル 2.6 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル混合溶
媒から再結晶し、標題化合物 2.3 g (収率 77.8%) を得た。
20

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 419 (M+1)

実施例 11の方法に準じて次の化合物(No. 425~No. 448)を製造す
る。

No.	R	Y	A	X
425	C ₂ H ₅	F		CF ₃
426	C ₇ H ₁₅	H		CF ₃
427	C ₂ H ₅	F		CF ₃
428	3E-C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
429	C ₃ H ₇	F		CF ₃
430	CH ₃	F		CF ₂ H
431	C ₃ H ₇ O	H		CF ₂ H
432	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
433	C ₄ H ₉	F		CF ₂ H
434	C ₅ H ₁₁	F		CF ₂ H
435	C ₂ H ₅	H		CFH ₂
436	CH ₂ =CH	F		CFH ₂
437	C ₈ H ₁₇	F		CFH ₂
438	C ₅ H ₁₁	F		CFH ₂
439	C ₄ H ₉	H		CFH ₂
440	C ₃ H ₇	H		OCF ₃ Cr 57.6-58.3 N 106.1 Iso
441	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
442	C ₈ H ₁₇ O	H		OCF ₃
443	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
444	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
445	C ₃ H ₇ O	H		CF ₂ H
446	C ₅ H ₁₁	F		CF ₂ H
447	C ₅ H ₁₁	F		CF ₂ H
448	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃

実施例 12

(トランス-4-ブチルシクロヘキシル) メチル=3', 5'-ジフルオロ-4'-トリフルオロメチルビフェニル-4-イル=エーテル (式 (1) において、RがC₄H₉、mが1、nが0、A₁が1、4-フェニレン基、A₂がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁が共有結合、Z₂が-CH₂O-、XがCF₃、YがFである化合物 (No. 449)) の製造

NaH 0.15 g (6.2 mmol) と DMF 3 ml の混合物に 3', 5'-ジフルオロ-4'-トリフルオロメチル-4-ヒドロキシビフェニル 1.7 g (6.2 mmol) の DMF 17 ml 溶液を室温、20 分間で滴下した後、室温で1時間反応させた。

次いで、該混合物に触媒量のヨウ化カリウムを添加した後、トランス-4-ブチル-ブROMOメチルシクロヘキサン 1.6 g (6.8 mmol) の DMF 5 ml 溶液を室温、5 分間で滴下した。滴下終了後、80℃で5時間反応させた。反応終了後、反応物に水 10 ml を加え、次いで酢酸エチル 30 ml で抽出した。得られた有機層を 2N-HCl で3回、2N-NaHCO₃ で3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/酢酸エチル) に付し、粗製の (トランス-4-ブチルシクロヘキシル) メチル=3', 5'-ジフルオロ-4'-トリフルオロメチルビフェニル-4-イル=エーテル 2.4 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 1.9 g (収率 73.1%) を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

質量分析: 427 (M+1)

実施例 12 の方法に準じて次の化合物 (No. 450~No. 472) を製造する。

N .	R	Y	A	X
450	C ₂ H ₅	F		CF ₃
451	C ₃ H ₁₁	H		CF ₃
452	C ₃ H ₇ O	F		CF ₃
453	C ₄ H ₉ O	H		CF ₃
454	3E-C ₃ H ₉	H		CF ₃
455	CH ₂ =CH	F		CF ₃
456	C ₃ H ₇	H		CF ₂ H
457	C ₃ H ₁₁ O	F		CF ₂ H
458	C ₈ H ₁₇ O	H		CF ₂ H
459	CH ₂ =C ₃ H ₅ O	H		CF ₂ H
460	CH ₃	F		CFH ₂
461	C ₈ H ₁₇	H		CFH ₂
462	C ₂ H ₅ O	F		CFH ₂
463	2Z-C ₄ H ₇	F		CFH ₂
464	C ₃ H ₇	F		OCF ₃
465	C ₄ H ₉	H		OCF ₃
466	CH ₃ O	H		OCF ₃
467	1E-C ₄ H ₇	H		OCF ₃
468	CH ₂ =CH	F		OCF ₃
469	C ₃ H ₁₁	H		OCF ₂ H
470	C ₂ H ₅ O	F		OCF ₂ H
471	C ₇ H ₁₅ O	H		OCF ₂ H
472	CH ₂ =C ₂ H ₃ OCH ₂	H		OCF ₂ H

実施例 13

(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)メチル=3', 5'-ジフルオロ-4'-トリフルオロメチルビフェニル-4-
5 イル=エーテル(式(1)において、RがC₃H₇、mおよびnが共に1、A₁が1, 4-フェニレン基、A₂およびA₃が共にトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、Z₁およびZ₂が共に共有結合、Z₃が-CH₂O-、XがCF₃、YがFである化合物(No. 473))の製造

NaH 0.13 g (5.5 mmol)とDMF 3 mlの混合物に3', 5'-ジ
10 フルオロ-4'-トリフルオロメチル-4-ヒドロキシビフェニル 1.5 g (5.5 mmol)のDMF 15 ml溶液を室温、20分間で滴下した後、室温で1時間反応させた。

次いで、該混合物に触媒量のヨウ化カリウムを添加した後、トランス, トランス-4'-プロピル-4-ブロモメチルビシクロヘキサン 1.8 g (6.0 mmol)のDMF 5 ml溶液を室温、5分間で滴下した。滴下終了後、80℃で5時間
15 反応させた。反応終了後、反応物に水 10 mlを加え、次いで酢酸エチル 50 mlで抽出した。得られた有機層を2N-HClで3回、2N-NaHCO₃で3回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶出液:ヘプタン/酢酸エチル)に付し、粗製の(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)メチル=3', 5'-ジフルオロ-4'-トリフルオロ
20 メチルビフェニル-4-イル=エーテル 2.5 gを得た。このものをエタノール/酢酸エチル混合溶媒から再結晶し、標題化合物 1.8 g (収率 66.7%)を得た。

また、質量スペクトルデータは、よくその構造を支持した。

25 質量分析: 495 (M+1)

実施例 13の方法に準じて次の化合物(No. 474~No. 497)を製造する。

No.	R	Y	A	X
474	C ₃ H ₁₁	F		CF ₃
475	C ₇ H ₁₅	H		CF ₃
476	C ₂ H ₅	F		CF ₃
477	3E-C ₅ H ₁₁	F		CF ₃
478	C ₃ H ₇	F		CF ₃
479	CH ₃	F		CF ₂ H
480	C ₃ H ₇ O	H		CF ₂ H
481	C ₃ H ₇	F		CF ₂ H
482	C ₄ H ₉	F		CF ₂ H
483	C ₃ H ₁₁	F		CF ₂ H
484	C ₂ H ₅	H		CFH ₂
485	CH ₂ =CH	F		CFH ₂
486	C ₈ H ₁₇	F		CFH ₂
487	C ₅ H ₁₁	F		CFH ₂
488	C ₄ H ₉	H		CFH ₂
489	CH ₃	F		OCF ₃
490	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₃
491	C ₈ H ₁₇ O	H		OCF ₃
492	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₃
493	C ₃ H ₇	H		OCF ₃
494	C ₃ H ₇ O	H		OCF ₂ H
495	C ₅ H ₁₁	F		OCF ₂ H
496	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₂ H
497	C ₃ H ₁₁	F		OCF ₂ H

以下、本発明化合物を液晶組成物の成分として用いた場合の例を示す。各使用例において、NIは透明点(℃)を、 $\Delta\epsilon$ は誘電率異方性値を、 Δn は屈折率異方性値を、 η は20℃における粘度(mPa・s)を、 V_{10} はしきい値電圧(V)を示す。

5 実施例14(使用例1)

シアノフェニルシクロヘキサン系液晶化合物からなる液晶組成物:

- 4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)ベンゾニトリル 24重量%、
4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ベンゾニトリル 36重量%、
4-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)ベンゾニトリル 25重量%、
10 4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-4'-シアノビフェニル
15重量%

は以下の物性を有する。

NI: 72.4、 $\Delta\epsilon$: 11.0、 Δn : 0.137、 η : 26.9、セル厚9 μ mにおける V_{10} : 1.78。

- 15 この組成物85重量%にNo. 205の化合物を15重量%混合してネマチック液晶組成物を得た。この液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 75.1、 $\Delta\epsilon$: 55.7、 Δn : 0.144、 η : 38.7、セル厚8.8 μ mにおける V_{10} : 1.29。

- 20 この組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えても結晶の析出はみられなかった。

実施例15(使用例2)

No. 205の化合物に替えてNo. 277の化合物を用いる以外は実施例14と同様にしてネマチック液晶組成物を得た。この組成物の物性は次の通りであった。

- 25 NI: 75.4、 $\Delta\epsilon$: 16.8、 Δn : 0.139、 η : 37.4、セル厚8.8 μ mにおける V_{10} : 1.40。

この組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えても結晶の析出はみられなかった。

実施例16(使用例3)

組成例 39 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 94.3$ 、 $\Delta\epsilon : 8.2$ 、 $\Delta n : 0.164$ 、 $\eta : 16.0$ 、セル厚 $8.8 \mu m$ における $V_{10} : 1.91$ 。

実施例 17 (使用例 4)

5 組成例 40 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 82.3$ 、 $\Delta\epsilon : 12.1$ 、 $\Delta n : 0.151$ 、 $\eta : 23.5$ 、セル厚 $8.9 \mu m$ における $V_{10} : 1.49$ 。

実施例 18 (使用例 5)

組成例 41 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

10 $NI : 71.3$ 、 $\Delta\epsilon : 25.1$ 、 $\Delta n : 0.160$ 、 $\eta : 25.1$ 、セル厚 $8.8 \mu m$ における $V_{10} : 0.85$ 。

実施例 19 (使用例 6)

組成例 42 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

15 $NI : 100.7$ 、 $\Delta\epsilon : 4.4$ 、 $\Delta n : 0.216$ 、 $\eta : 34.0$ 、セル厚 $9.0 \mu m$ における $V_{10} : 2.39$ 。

実施例 20 (使用例 7)

組成例 43 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 76.2$ 、 $\Delta\epsilon : 13.6$ 、 $\Delta n : 0.125$ 、 $\eta : 42.6$ 、セル厚 $8.9 \mu m$ における $V_{10} : 1.33$ 。

20 実施例 21 (使用例 8)

組成例 44 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 84.1$ 、 $\Delta\epsilon : 18.1$ 、 $\Delta n : 0.137$ 、 $\eta : 36.8$ 、セル厚 $8.9 \mu m$ における $V_{10} : 1.20$ 。

実施例 22 (使用例 9)

25 組成例 45 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 74.5$ 、 $\Delta\epsilon : 10.9$ 、 $\Delta n : 0.132$ 、 $\eta : 22.7$ 、セル厚 $8.8 \mu m$ における $V_{10} : 1.36$ 。

実施例 23 (使用例 10)

組成例 46 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 82.0、 $\Delta\epsilon$: 6.4、 Δn : 0.094、 η : 25.2、セル厚 8.8 μm における V_{10} : 1.90。

実施例 24 (使用例 11)

組成例 47 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

5 NI : 84.9、 $\Delta\epsilon$: 7.1、 Δn : 0.135、 η : 27.7、セル厚 8.9 μm における V_{10} : 1.69。

実施例 25 (使用例 12)

組成例 48 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

10 NI : 100.3、 $\Delta\epsilon$: 4.1、 Δn : 0.091、 η : 28.0、セル厚 8.8 μm における V_{10} : 2.31。

実施例 26 (使用例 13)

組成例 49 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 92.0、 $\Delta\epsilon$: 5.4、 Δn : 0.093、 η : 21.8、セル厚 9.0 μm における V_{10} : 2.32。

15 実施例 27 (使用例 14)

組成例 50 に示すネマチック液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 101.6、 $\Delta\epsilon$: 10.5、 Δn : 0.098、 η : 39.2、セル厚 8.9 μm における V_{10} : 1.53。

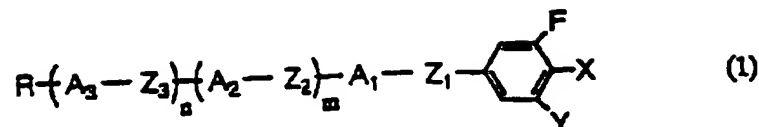
産業上の利用可能性

20 以上説明した通り、本発明の化合物はいずれも大きな誘電率異方性値を有するうえ、特にしきい値電圧の温度による変化が小さく、低温下で他の液晶材料への溶解性が改善されることが知られる。

25 従って、本発明の化合物を液晶組成物の成分とした場合、他の液晶材料との溶解性に優れているという特徴に加え、分子構成要素の六員環、置換基および／または結合基を適当に選択することにより、所望の物性を有する新たな液晶組成物を提供することができる。

請求の範囲

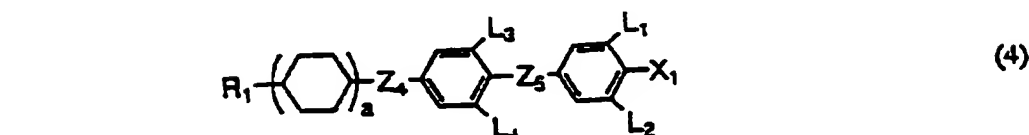
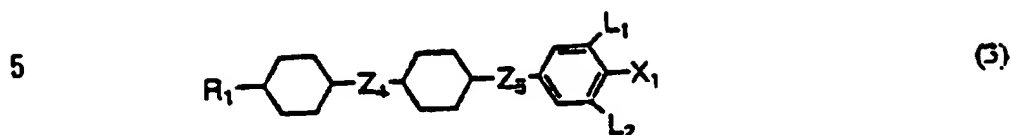
1. 一般式 (1)



(式中、Rは炭素数1～10のアルキル基、アルコキシ基または炭素数2～10のアルケニル基を示し(アルケニル基中の任意のメチレン基(—CH₂—)は、酸素原子(—O—)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。)、mおよびnは相互に独立して0または1を示し、A₁、A₂およびA₃は相互に独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、ピリミジン-2, 5-ジイル基、ピリジン-2, 5-ジイル基または1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル基を示し、Z₁、Z₂およびZ₃は相互に独立して—COO—、—OCO—、—(CH₂)₂—、—CH₂O—、—OCH₂—または共有結合を示すが、Z₁、Z₂およびZ₃のうち少なくとも1つはエステル結合、—CH₂O—または—OCH₂—を示す。またXはCF₃、CF₂H、CFH₂、OCF₃、OCF₂HまたはCNを示し、YはHまたはFを示す。ただしX=CNの場合は、nが0、A₂はトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、A₁は環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、Z₂は—(CH₂)₂—または共有結合、Z₁はエステル結合、YはFを示す。)で示される液晶性化合物。

2. mおよびnが0である請求項1に記載の液晶性化合物。
3. mが1、nが0である請求項1に記載の液晶性化合物。
4. mおよびnが共に1である請求項1に記載の液晶性化合物。
5. A₁が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基である請求項2に記載の液晶性化合物。
6. A₁がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基である請求項2に記載の液晶性化合物。

7. A_2 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基である請求項3に記載の液晶性化合物。
8. A_2 および A_3 が共にトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、 Z_3 が共有結合である請求項4に記載の液晶性化合物。
- 5 9. A_1 が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、 Z_2 が共有結合である請求項7に記載の液晶性化合物。
- 10 10. A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、 Z_3 が共有結合である請求項7に記載の液晶性化合物。
11. A_1 が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、 Z_1 がエステル結合、 Z_2 が $-(CH_2)_2-$ または共有結合、XがC、N、YがFである請求項7に記載の液晶性化合物。
12. A_1 が環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、 Z_3 が共有結合である請求項8に記載の液晶性化合物。
13. A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基、 Z_1 が共有結合である請求項8に記載の液晶性化合物。
- 15 14. 請求項1～13のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。
15. 第一成分として、請求項1～13のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(2)、(3)および(4)
- 20



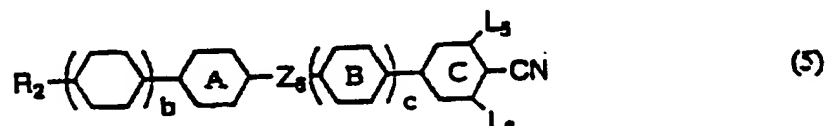
10

(式中、 R_1 は炭素数1～10のアルキル基を示し、 X_1 はF、Cl、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H または CFH_2 を示し、 L_1 、 L_2 、 L_3 および L_4 は相互に独立してHまたはFを示し、 Z_4 および Z_5 は相互に独立して $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ または共有結合を示し、 a は1または2を示す。) からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

16. 第一成分として、請求項1～13のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)および(9)

15

20

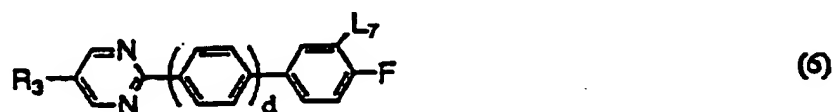


25

(式中、 R_2 はF、炭素数1～10のアルキル基または炭素数2～10のアルケニル基を示す。該アルキル基またはアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Aはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基または1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル基を示し、環Bはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フ

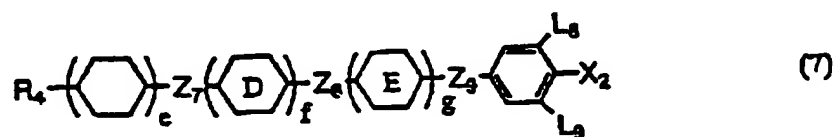
エニレン基またはピリミジン-2, 5-ジイル基を示し、環Cはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、Z₆は-(CH₂)_a-, -COO-または共有結合を示し、L₅およびL₆は相互に独立してHまたはFを示し、bおよびcは相互に独立して0または1を示す。)

5



(式中、R₃は炭素数1~10のアルキル基を示し、L₇はHまたはFを示し、dは0または1を示す。)

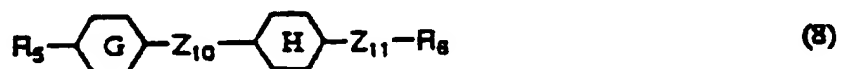
10



15

(式中、R₄は炭素数1~10のアルキル基を示し、環Dおよび環Eは相互に独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、Z₇およびZ₈は相互に独立して-COO-または共有結合を示し、Z₉は-COO-または-C≡C-を示し、L₉およびL₉は相互に独立してHまたはFを示し、X₂はF、OCF₃、OCF₂H、CF₃、CF₂HまたはCFH₂を示すが、X₂がOCF₃、OCF₂H、CF₃、CF₂HまたはCFH₂を示す場合はL₉およびL₉は共にHを示す。e、fおよびgは相互に独立して0または1を示す。)

20



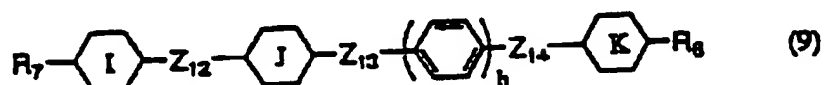
25

(式中、R₅およびR₆は相互に独立して炭素数1~10のアルキル基または炭素数2~10のアルケニル基を示す。いずれにおいてもそのうちの任意のメチレン基(-CH₂-)は酸素原子(-O-)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Gはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基またはピリミジン-2, 5-ジイル基を示し、環Hはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1,

W 96/32365

4-フェニレン基を示し、 Z_{10} は $-C\equiv C-$ 、 $-COO-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH=CH-C\equiv C-$ または共有結合を示し、 Z_{11} は $-COO-$ または共有結合を示す。)

5



10

15

20

25

(式中、 R_7 および R_8 は相互に独立して炭素数1~10のアルキル基または炭素数2~10のアルケニル基を示す。いずれにおいてもそのうちの任意のメチレン基($-CH_2-$)は酸素原子($-O-$)によって置換されていてもよいが、2つ以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。環Iはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基またはピリミジン-2, 5-ジイル基を示し、環Jはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、環上の1つ以上の水素原子がFで置換されていてもよい1, 4-フェニレン基またはピリミジン-2, 5-ジイル基を示し、環Kはトランス-1, 4-シクロヘキシレン基または1, 4-フェニレン基を示し、 Z_{12} および Z_{14} は相互に独立して $-COO-$ 、 $-(CH_2)_2-$ または共有結合を示し、 Z_{13} は $-CH=CH-$ 、 $-C\equiv C-$ 、 $-COO-$ または共有結合を示し、 h は0または1を示す。) からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

17. 第一成分として、請求項1~13のいずれかに記載の液晶性化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の一部として、一般式(2)、(3)および(4)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の他の部分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)および(9)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

18. 請求項14~17のいずれかに記載の液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP96/01010

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int. C1⁶ C07C43/225, 192, 69/773, 86, 88, 75, 753, 757, C07D213/79, 213/55, 213/30, 239/28, 319/06, C09K19/14, 20, 30, 34, 42, 44, 46, G02F1/13
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int. C1⁶ C07C43/18-196, 20-225, 69/74-757, 76-92, C07D213/79, 213/55, 213/30, 239/28, 319/06, C09K19/08-34, 42-46, G02F1/13

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAS ONLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX PA	JP, 7-306417, A (Hitachi, Ltd.), November 21, 1995 (21. 11. 95), Claim, examples 4, 5 & EP, 673986, A2	1, 2, 6, 14-16, 18 3-5, 7-13, 17
X A	GB, 2232156, A (The Secretary of State for Defence), December 5, 1990 (05. 12. 90), Claims 1, 4, 8, p.3 formula IB, p.16 Table 1 (Family: none)	1, 3, 5, 7, 11, 14, 18 2, 4, 6, 8-10, 12, 13, 15-17
X A	JP, 2-229139, A (Chisso Corp.), September 11, 1990 (11. 09. 90), Claim, examples 21 to 30 & US, 5069814, A	1, 3, 5, 7, 11, 14, 18 2, 4, 6, 8-10, 12, 13, 15-17
X A	JP, 4-300861, A (Seimi Chemical K.K.), October 23, 1992 (23. 10. 92), Claim, example 1 (Family: none)	1, 2, 14, 18 3-13, 15-17
X	JP, 3-503637, A (United Kingdom),	1, 2, 5, 14,

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

- * Special categories of cited documents:
- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reasons (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "A" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
June 20, 1996 (20. 06. 96)

Date of mailing of the international search report
July 2, 1996 (02. 07. 96)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office
Facsimile No.

Authorized officer
Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP96/01010

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	August 15, 1991 (15. 08. 91) & WO, 89/8102, A1 & EP, 407438, A1 & US, 5156763, A & US, 5334327, A	18 3, 4, 6-13, 15-17
X	GRAY, G.W. et al., "The synthesis and Transition	1, 2, 5, 14, 18
A	Temperatures of Some Fluoro-Substituted 4- Cyanobiphenyl and 4-Cyanobiphenyl-4'-yl 4- Pentyl-and 4-Butoxy-Benzoates., Mol. Cryst. Liq. Cryst., 1989, Vol. 172, p. 165-189	3, 4, 6-13, 15-17

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP96/01010

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C07C43/225, 192, 69/773, 86, 88, 75, 753, 757,
C07D213/79, 213/55, 213/30, 239/28, 319/06,
C09K19/14, 20, 30, 34, 42, 44, 46, G02F1/13

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C07C43/18-196, 20-225, 69/74-757, 76-92,
C07D213/79, 213/55, 213/30, 239/28, 319/06,
C09K19/08-34, 42-46, G02F1/13

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PX PA	JP, 7-306417, A (株式会社日立製作所) 21. 11月. 1995 (21. 11. 95) 特許請求の範囲、実施例4、 実施例5 & EP, 673986, A2	1, 2, 6, 14-16, 18 3-5, 7-13, 17
X A	GB, 2232156, A (The Secretary of State for Defence) 5. 12月. 1990 (05. 12. 90) Claims1, 4, 8, p.3 formula 1B, p.16 Table 1 (ファミリーなし)	1, 3, 5, 7, 11, 14, 18 2, 4, 6, 8-10, 12, 13, 15-17
X A	JP, 2-229139, A (チッソ株式会社) 11. 9月. 1990 (11. 09. 90) 特許請求の範囲、実施例21~30 & US, 5069814, A	1, 3, 5, 7, 11, 14, 18 2, 4, 6, 8-10, 12, 13, 15-17

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

20. 06. 96

国際調査報告の発送日

02.07.96

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100

東京都千代田区霞が関三丁目4 3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

平山 美千恵



4H

9357

電話番号 03-3581-1101 内線 3444

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	JP, 4-300861, A (セイミケミカル株式会社) 23. 10月. 1992 (23. 10. 92) 特許請求の範囲、実施例1 (ファミリーなし)	1, 2, 14, 18 3-13, 15-17
X A	JP, 3-503637, A (イギリス国) 15. 8月. 1991 (15. 08. 91) & WO, 89/8102, A1 & EP, 407438, A1 & US, 5156763, A & US, 5334327, A	1, 2, 5, 14, 18 3, 4, 6-13, 15-17
X A	GRAY, G. W. et al., The Synthesis and Transition Temperatures of Some Fluoro-Substituted 4-Cyanophenyl and 4-Cyanobiphenyl-4'-yl 4-Pentyl- and 4-Butoxy-Benzoates., Mol. Cryst. Liq. Cryst., 1989, Vol. 172, p. 165-p. 189	1, 2, 5, 14, 18 3, 4, 6-13, 15-17